



TECHNISCHE
UNIVERSITÄT
DARMSTADT

ULB

Entwicklung und Evaluierung großflächiger Dünnschichtmesstechnik am Beispiel gedruckter organischer Leuchtdioden

Daume, Dominik

(2020)

DOI (TUprints): <https://doi.org/10.25534/tuprints-00012879>

Lizenz:



CC-BY-NC-ND 4.0 International - Creative Commons, Attribution Non-commercial, No-derivatives

Publikationstyp: Ph.D. Thesis

Fachbereich: 16 Department of Mechanical Engineering

Quelle des Originals: <https://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/12879>

Entwicklung und Evaluierung großflächiger Dünnschichtmesstechnik am Beispiel gedruckter organischer Leuchtdioden

Vom Fachbereich Maschinenbau
an der Technischen Universität Darmstadt

zur Erlangung des Grades eines
Doktor-Ingenieurs (Dr.-Ing.) genehmigte

D i s s e r t a t i o n

vorgelegt von

Dominik Andreas Daume

aus Heppenheim

Erstgutachter:	Prof. Dr.-Ing. Edgar Dörsam
Zweitgutachter:	Prof. Dr.-Ing. Tran Quoc Khanh

Darmstadt 2020

D17

Daume, Dominik: Entwicklung und Evaluierung großflächiger Dünnschichtmesstechnik am Beispiel gedruckter organischer Leuchtdioden

Darmstadt, Technische Universität Darmstadt

Jahr der Veröffentlichung der Dissertation auf TU-Prints: 2020

Tag der mündlichen Prüfung: 24.06.2020

URN: urn:nbn:de:tuda-tuprints-128792

Veröffentlicht unter CC BY-NC-ND 4.0 International

<https://creativecommons.org/licenses>

Kurzfassung

Um eine größere Bandbreite an OLED-Materialien, unter anderem auch photolumineszente, messen zu können, wird im Rahmen dieser Arbeit bestehende reflektometrische Messtechnik neu ausgelegt und weiterentwickelt; darüber hinaus werden neuartige Messtechnikkonzepte auf Basis des transmittierten Lichtes entwickelt. Durch die Weiterentwicklung der Messtechnik werden auch erstmalig komplexe Mehrschichtstapel verschiedener OLED-Materialien großflächig charakterisiert. Die mittels der neuen Messtechnik messbare Fläche beträgt bis zu 15000 mm^2 . Dazu werden zunächst die optischen Grundlagen vorgestellt und das zugrunde liegende Konzept der Imaging Color Reflectometry (ICR) erläutert. Im Anschluss werden die bestehenden Limitierungen, Mehrdeutigkeiten und die Photolumineszenz bei Messung in Transmission veranschaulicht sowie deren Überwindung durch Weiterentwicklung der Hardware dargelegt. Es werden die multispektrale Beleuchtung bei Messung in Reflexion, die so genannte Multi Channel Imaging Color Reflectometry (MCICR) und eine neue Messmethode zur Messung des transmittierten und absorbierten Lichts, die Multi Channel Transmission Measurement (MCTM), eingeführt. Durch die multispektrale Beleuchtung wird die Anzahl der Kanäle auf 7 erweitert. Darauf folgt die Auslegung der Messtechnik sowie deren Charakterisierung. Es werden alle zentralen Elemente des optischen Aufbaus vermessen. Die handelsüblichen Detektoren werden, angelehnt an den EMVA 1288 Standard, charakterisiert, um deren Eignung für den Einsatz in den Messtechniken zu untersuchen. Durch eine konsequente Filterung der verschiedenen reflektierten und transmittierten Lichtstrahlen der neuen Messmethoden konnte das Ergebnis der Dünnschichtmessungen verbessert und das Spektrum messbarer Schichtdicken erweitert werden. Es folgt die Untersuchung der Systemwiederholgenauigkeit und der Grenzen der Messtechnik. Die Systemwiederholgenauigkeit konnte für Reflexionsmessungen am Materialsystem ITO/PEDOT:PSS auf 1 % ab einer Schichtdicke von 50 nm bestimmt werden. Die Wiederholgenauigkeit des Testsystems Glas/Superyellow lag bei 4 % bei einer Schichtdicken von ca. 125 nm . Am Beispiel zweier Mehrschichtstapel, bestehend aus ITO / PEDOT:PSS / QUPD / TSG-M und ITO / PEDOT:PSS / QUPD / Superyellow, wird die Anwendung der Reflexions- und Transmissionsmesstechnik gezeigt. Durch die Untersuchung tiefgedruckter, mehrlagiger OLED-Schichtstapel, bestehend aus ITO / PEDOT:PSS / QUPD / TSG-M werden die auftretenden messtechnischen Probleme erläutert und diskutiert. Erstmals wurde ein Mehrschichtstapel, bestehend aus vier Materialien, drei davon flüssigphasenprozessiert, sukzessiv gemessen und analysiert.

Abstract

In order to be able to measure complex multilayer structures and a wide variety of materials, especially photo luminescent materials, already existing reflectometry measurement setups are newly designed and further developed. Also new measurement approaches on the basis of measuring the amount of absorbed and transmitted light are set up and characterized. Using these further developed setups complex multilayer structures consisting of different OLED-materials were measured on a large area for the first time. With this measurement setup an area of up to 150000 mm^2 can be characterized simultaneously. Therefore initially the optical fundamentals and the underlying concept of the Imaging color reflectometry (ICR) are presented, followed by the illustration of existing limitations, ambiguous Euclidean distances and photoluminescence, as well as their overcoming by further development of the optical hardware. The implementation of the multi spectral illumination into the reflective measurements, called Multi Channel Imaging Color Reflectometry (MCICR), and the new method of measuring the transmitted and absorbed light, called Multi Channel Transmission Measurement (MCTM), are described. By using the multi spectral illumination the number of channels is increased to 7. This is followed by the design and the characterization of the optical measurement setup. All relevant elements of the optical setup are characterized. The off-the-shelf camera setups are characterized based on the EMVA 1288-standard in order to test their suitability for the measurement setup. It is shown, that the systematic filtering of the different transmitted and reflected light beams leads to better thickness measurement results and enhances the spectrum of measureable layer thicknesses. This is followed by an investigation of the system repeatability accuracy for reflection and transmission measurements. It is found to be 1 % at thicknesses greater 50 nm for the material system ITO / PEDOT:PSS measured in reflection and $\approx 4\text{ %}$ at a thickness of 125 nm for the material system glass / Superyellow measured in transmission mode. On the example of two multilayer stacks consisting of ITO / PEDOT:PSS / QUPD / TSG-M and ITO / PEDOT:PSS / QUPD / Superyellow the application of reflection and transmission based measurement methods is demonstrated. By using gravure printed multilayer OLED-Stacks made of ITO / PEDOT:PSS / QUPD / TSG-M the occurring metrological problems are demonstrated and discussed. For the first time a multilayer stack consisting of four different materials, three of them liquid phase processed were measured and analyzed step-by-step.

Danksagung

In meiner Zeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter an der Technischen Universität Darmstadt am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren (IDD) hatte ich die Möglichkeit, über die Tätigkeit am Innovationlab (iL) Heidelberg eine Vielzahl unterschiedlicher Erfahrungen zu sammeln. Für diese Chance und die stetige Förderung und Unterstützung bei meinen Ideen, Vorhaben und natürlich dem Entstehen dieser Arbeit möchte ich mich von Herzen bei Herrn Prof. Dr.-Ing. Edgar Dörsam bedanken. Weiterer Dank gilt Herrn Prof. Dr.-Ing. Tran Quoc Khanh für die Übernahme des Zweitgutachtens und für die wissenschaftlichen Anregungen zu dieser Arbeit.

Dem Bundesministerium für Bildung und Forschung möchte ich für die Förderung der Projekte PrintOLED (13N10759) und POESIE (13N13692) danken, in deren Rahmen diese Arbeit entstanden ist.

Die Zeit am IDD und am iL in Heidelberg war eine besondere für mich, die ohne die vielen Kollegen und Freunde nicht halb so schön gewesen wäre. In erster Linie bleibt mir die spannende arbeitsgruppenübergreifende Zusammenarbeit, sei es im Labor oder bei organisatorischen Dingen, vor allem aber die tolle Atmosphäre bei der alltäglichen Arbeit in Erinnerung. Liebe iL'er, die Zeit mit euch hat mir riesig Spaß gemacht, selten konnte ich so viel lernen und lachen!

Für die tolle Zeit im Büro am iL möchte ich Tobias Hartwig, Alexander Jurczok, Robert Tone und Felix Braig danken. Die Zeit mit euch am iL hat mir viel Spaß bereitet. Letzteren beiden möchte ich auch für die fruchtbaren Diskussionen zum Thema Messtechnik und das kritische Lesen dieser Arbeit danken!

Meinen Kollegen in Darmstadt danke ich nicht nur für die Instituts-Montage, sondern auch für ihre Unterstützung und die tolle Atmosphäre am Institut. Es war eine schöne Zeit mit Euch! Meinen ehemaligen Studenten und Hiwis am IDD und am iL danke ich für die Unterstützung bei dieser Arbeit.

Da ich gelegentlich ein grammatikalischer Glücksritter bin, möchte ich mich bei Maria Kuse für die Anmerkungen zur deutschen Rechtschreibung und Sprache bedanken.

Ein ganz großer Dank gilt meiner Familie, insbesondere meinen Eltern, da ohne euch und eure Hilfe in allen Lebenslagen diese Arbeit nicht möglich gewesen wäre.

Sarah, ohne deine Unterstützung hätte ich diese große Aufgabe wohl nie fertiggestellt. Egal in welcher Situation, du hast mir den Rücken gestärkt und mich ermutigt. Dafür möchte ich

dir von Herzen danken. Nach diesem Kapitel freue ich mich auf die nächste Herausforderung,
die auf uns wartet!

Heidelberg, im Januar 2020

Inhaltsverzeichnis

1. Einleitung und Zielsetzung	1
2. Grundlagen	5
2.1 Flüssigphasenprozessierte OLEDs	5
2.1.1 Funktionsweise einer organischen Leuchtdiode (OLED).....	6
2.1.2 Grundlagen der Photolumineszenz	7
2.1.3 Verfahren zur Herstellung dünner Schichten in der gedruckten Elektronik / OLEDs	8
2.2 Messverfahren zur Charakterisierung dünner Schichten	10
3. Optische Modellierung der Dünnschichtmesstechnik.....	13
3.1 Optische Grundlagen	13
3.1.1 Reflexion, Transmission und Absorption elektromagnetischer Wellen.....	13
3.1.2 Interferenz.....	21
3.2 Optisches Modell.....	24
3.2.1 Reflexion an einem finiten, inkohärenten Substrat.....	24
3.2.2 Interferenz an Mehrschichtstapeln - Transfermatrixformalismus	30
3.2.3 Optisches Modell und Kontrastwertmethode nach Bornemann	33
4. Multikanal Reflexions- und Transmissionsmesstechnik	39
4.1 Überblick über die Entwicklung der Messkonzepte	39
4.2 Erweiterung des bestehenden Messtechnikkonzepts auf Multikanalmessungen.....	41
4.2.1 Einfluss verschiedener Beleuchtungen auf die Schichtdickenmessung	41
4.2.2 Mehrdeutigkeiten	48
4.2.3 Erweiterung auf Multikanalmessung	51
4.2.4 Multikanal Transmissionsmessungen	53
4.2.5 Konzept zur Messung mehrlagiger Schichtstapel.....	59
4.2.6 Messaufbau	61
4.2.7 Optische Bauelemente.....	67
4.2.8 Ansteuerung des Messaufbaus und Bilddatenaufnahme	72
4.2.9 Belichtungszeit, Bilddatenerzeugung und -verarbeitung.....	75
4.3 Charakterisierung des Messaufbaus und der optischen Komponenten.....	78
4.3.1 Charakterisierung der Beleuchtungseinheit	78
4.3.2 Spektrale Empfindlichkeit der verwendeten Kameras	82
4.3.3 Systemempfindlichkeit.....	88
4.3.4 Linearität des verwendeten CMOS-Sensors.....	91
4.3.5 Charakterisierung der Systemverstärkung	96
4.3.6 Optische Auflösung des Messaufbaus	99

4.4 Systemwiederholgenauigkeit bei Messungen mittels Transmission und Reflexion	104
5. Messung flüssigphasenprozessierter, mehrlagiger Schichtstapel.....	111
5.1 Materialien und optische Konstanten	111
5.1.1 ITO	112
5.1.2 PEDOT:PSS	114
5.1.3 QUPD.....	116
5.1.4 TSG-M.....	117
5.1.5 Superyellow	119
5.2 Prozessierung dünner semitransparenter Schichten	120
5.2.1 Prozessparameter rotationsbeschichteter dünner Schichten	120
5.2.2 Prozessparameter tiefgedruckter dünner Schichten	121
5.2.3 Prozesskombinationen für die Herstellung der Mehrschichtstapel.....	123
5.2.4 Prozessparameter geätzter ITO-Strukturen	125
5.3 Schichtdickenmessungen an flüssigphasenprozessierten Mehrschichtstapeln.....	125
5.3.1 Schichtdickenmessungen an geätzten ITO-Schichten	125
5.3.2 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten PEDOT:PSS-Filmen	126
5.3.3 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten QUPD-Filmen	128
5.3.4 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten Superyellow-Schichten	130
5.3.5 Schichtdickenmessungen an tiefgedruckten Schichtstapeln.....	134
5.4 Fazit	143
6. Zusammenfassung und Ausblick.....	145
7. Literaturverzeichnis.....	147
8. Eigene Veröffentlichungen und betreute studentische Arbeiten	170
A. Anhang	173
A.1 Linearität des CMOS-Sensors	173
A.2 Fehler der Linearität bei Beleuchtung mit 520 nm und 590 nm.....	175
A.3 Dunkelsignal	176
A.4 Auflösung der Sensoren	177
A.5 Messung Randwall PEDOT-Probe	182
A.6 Zeichnungen / Datenblätter Messaufbau	184

Abkürzungs- und Symbolverzeichnis

Griechische Buchstaben

Symbol	Einheit	Bezeichnung
α	$\frac{1}{nm}$	Absorptionskoeffizient
α, β, α'	-	Einfalls-, Ausfalls-, Transmissionswinkel
δ	nm	Gangunterschied oder euklidische Distanz
η	%	Effizienz
κ	-	Extinktionskoeffizient, Imaginärteil des Brechungsindex N
λ	nm	Wellenlänge des Lichtes
ϱ	-	Fresnelkoeffizient der Reflexion
τ	-	Fresnelkoeffizient der Transmission
φ	-	Phasenverschiebung
ψ	-	Systemempfindlichkeit
ω	$\frac{1}{s}$	Kreisfrequenz

Lateinische Buchstaben

Symbol	Einheit	Bezeichnung
A	-	Absorption
$A_{i,j}^{x,y}$	-	Durch Detektion einer Intensität entstandene Antwort eines Pixels an der Position x,y bei Beleuchtung mit Beleuchtungsfarbkanal i und Aufnahme im Kamerafarbkanal j
\vec{B}	T	Magnetische Flussdichte der elektromag. Welle
$C_{i,j}^{x,y}$	-	Ortsabhängige optische Konstante an der Position x,y bei Beleuchtung mit Beleuchtungsfarbkanal i und Aufnahme im Kamerafarbkanal j
d	nm	Schichtdicke
DN	-	Digital Number, Graustufen
\vec{E}	$\frac{V}{m}$	Elektrische Feldkomponente der elektromag. Welle
$F(\lambda)$	-	Photolumineszenzspektrum

I	$\frac{W}{m^2}$	Intensität
I_e	$\frac{W}{m^2}$	Intensität der einfallenden Welle
I_r	$\frac{W}{m^2}$	Intensität der reflektierten Teilwelle
I_g	$\frac{W}{m^2}$	Intensität der gebrochenen Teilwelle
k	$\frac{1}{nm}$	Wellenvektor
$K_{i,j}^{exp\ x,y}$	-	Experimentelle Kontrastwerte an der Position x,y bei Beleuchtung mit Beleuchtungsfarbkanal i und Aufnahme im Kamerafarbkanal j
$K_{i,j}^{theo}$	-	Theoretische Kontrastwerte bei Beleuchtung mit Beleuchtungsfarbkanal i und Aufnahme im Kamerafarbkanal j
$L(\lambda)$	-	Spektrum einer weißen Beleuchtung
$L_i(\lambda)$	-	Spektrum der Multikanalbeleuchtung im Beleuchtungsfarbkanal i
l_x	μm	Kohärenzlänge
n	-	Realteil des Brechungsindex N
N	-	Brechungsindex
$O(\lambda)$	-	Funktion, welche den optischen Pfad wellenlängenabhängig beschreibt
r	nm	Ortsvektor
R_s	-	Reflexionsvermögen einer Grenzfläche für senkrecht polarisiertes Licht
R_p	-	Reflexionsvermögen einer Grenzfläche für parallel polarisiertes Licht
$SR_j(\lambda)$	-	Spektrale Empfindlichkeit des Kamerafarbkanals j
t	s	Zeit
$T_{s,p}$	-	Transmissionsvermögen einer Grenzfläche für senkrecht polarisiertes Licht
T_p	-	Transmissionsvermögen einer Grenzfläche für parallel polarisiertes Licht

Abkürzungen

Al	Aluminium
APS-C	Sensorformat für Kameras des Herstellers Canon mit der Größe <i>22,5 mm x 15,0 mm</i>
BFK	Beleuchtungsfarbkanal
CMOS	Complementary metal-oxide-semiconductor
.CR2	Canon Raw Format
EtHEX	2-Ethylhexyloxy
F&E	Forschung und Entwicklung
FF	Full-Frame, Kameras mit Sensoren im Kleinbildformat der Größe <i>36 mm x 24 mm</i> ,
FWHM	Full width at half maximum , übersetzt: Halbwertsbreite
ICR	Imaging Color Reflectometry
ITO	Indium Tin Oxide (Indiumzinnoxid)
KFK	Kamerafarbkanal
LED	Leuchtdiode
LiF	Lithiumfluorid
MCICR	Multichannel Imaging Color Reflectometry
MCTM	Multichannel Transmission Measurement
MTF	Modulationstransferfunktion
OFET	Organischer Feldeffekttransistor
OLED	Organische Leuchtdiode
OSC	Organische Solarzelle
OTF	Optische Transferfunktion
PEDOT:PSS	Poly-3,4-ethylendioxythiophen:Polystyrolsulfonat (Lochinjektionsschicht)
PMMA	Polymethylmethacrylat
PPE	Poly(<i>para</i> -Phenyleneethynyl)
QUPD	N ₄ ,N ₄ '-Bis(4-(6-((3-ethyloxetan-3-yl)methoxy)hexyloxy)phenyl)-N ₄ ,N ₄ '-bis(4-methoxyphenyl)biphenyl-4,4'-diamine (Lochtransportschicht)

RGB	Rot-Grün-Blau
ROI	Region of Interest, beschreibt den Ausschnitt einer Messung, welche für den Betrachter relevant bzw. interessant ist
SY	Superyellow PDY-132
.TIFF	Tagged Image File Format, ein nicht komprimiertes Datenformat
USAF	United States Air Force

1. Einleitung und Zielsetzung

Die Basis des technologisch modernsten Beleuchtungsmittels - der Leuchtdiode (LED) – bildet die Funktionsweise des so genannten p-n-Halbleiterübergangs. Dieser wurde 1938 von Walter Schottky (Schottky, 1938) zuerst beschrieben und mündete in der Entwicklung der Schottky-Diode. Zusammen mit der Entwicklung des ersten Transistors an den Bell-Laboratories durch Bardeen und Brattain 1948 (Bardeen & Brattain, 1948) und den theoretischen Überlegungen zum p-n-Übergang durch Shockley (Shockley, 1949) – für die es 1956 den Physik-Nobelpreis gab – entstand der Grundstein der modernen Informationstechnologie und Energietechnik. Diese Prozesse führten im Laufe des letzten Jahrhunderts zur industriellen Fertigung moderner Halbleiterbauelemente.

Durch die Funktionalisierung organischer Verbindungen entfaltete sich in den 80er Jahren des vorigen Jahrhunderts das Forschungsfeld der organischen Elektronik. Maßgeblich beeinflusst wurde dieses Forschungsfeld von Alan J. Heeger, Alan G. MacDiarmid und Hideki Shirakawa mit ihren Arbeiten an leitfähigen Polymeren, wofür sie im Jahr 2000 den Nobelpreis in Chemie erhielten (Nobelprize.org, 2014), sowie von VanSlyke und Mitarbeitern (1987) an den Eastman-Kodak-Laboratories, die die erste organische Leuchtdiode mittels Vakuumaufdampfprozessen herstellten, indem dünne organische Schichten zwischen zwei Elektroden eingebettet wurden. Die Bauteile wiesen damals bereits eine maximale Helligkeit $> 1000 \frac{\text{cd}}{\text{m}^2}$ auf.

Die Möglichkeit, solche organischen Verbindungen aus Lösungen zu prozessieren, eröffnet neue Wege der Herstellung elektronisch funktionaler Bauelemente. Da Drucken sich als ein etablierter Prozess zur massenhaften Vervielfältigung verschiedenster Informationen eignet, liegt der Schritt nahe, mit Hilfe von Druck- und Beschichtungsverfahren funktionale Bauteile durch das Aufeinanderdrucken dünner einzelner Schichten herzustellen. Das Potential der Technologie gedruckter Elektronik lässt sich gut an der Roadmap der OE-A ablesen (Lupo, Clemens, Ranfeld & Hecker, 2017).

Durch die Variabilität an verwendbaren Produktionsprozessen entsteht ein neuer Grad an Designfreiheit, der neue Märkte erschließt, die weitestgehend komplementär zur Siliziumtechnologie sind, aber auch bestehende Systeme in absehbarer Zeit ablösen könnten. Beispiele für komplementäre Systeme sind organische Feldeffekttransistoren (OFET), die in Internet-of-Things-Anwendungen oder auch Smart-Packaging zum Einsatz kommen und organische Solarzellen und Photodetektoren (OPV), die in medizinischen Produkten (ISORG, 2013) verwendet werden. Die organische Leuchtdiode (OLED) bietet vor allem im Bereich der Beleuchtung und der Displays ein enormes Potential. Eine großflächige Prozessierung und eine damit einhergehende flächige Abstrahlcharakteristik der OLED führen zu einer

blendfreien Beleuchtung. Displays auf Basis der OLED profitieren vor allem durch das hohe Kontrastverhältnis, da die OLED im Vergleich zur LED nicht nur Hintergrundbeleuchtung, sondern aktives Element zur Generierung der Farbinformation ist.

Die aktuell vorherrschenden Produktionsverfahren etwaiger OLED-Produkte sind Vakuumaufdampf- oder Gasphasenabscheidungsprozesse (Souk, Morozumi, Luo & Bitá, 2018, S. 144–149; Tsujimura, 2017, S. 68–79). Diese kostspieligen Verfahren zeichnen sich durch eine hohe Reproduzierbarkeit aus, sind aber aufwendig in der Umsetzung. Ein zusätzliches Problem ergibt sich durch den Materialverlust in Vakuum- und Gasphasenabscheidungsprozessen. Um dieses Problem des Materialverlusts während der Vakuumprozesse zu minimieren, müsste das teure Aktivmaterial punktgenau und strukturiert auf der Substratoberfläche abgesetzt werden. Dies ist aber aufgrund der Funktionsweise der Prozesse nicht möglich.

Druck und Beschichtungsprozesse, wie etwa Inkjetdruck, Flexodruck, Tiefdruck und Siebdruck, erfüllen diese Anforderungen und sind industriell weit verbreitet. In Kombination mit diesem neuen Feld der gedruckten Elektronik ergeben sich aber auch neue Herausforderungen, die neue Lösungsansätze benötigen. Eine dieser Herausforderungen besteht darin, homogene Schichten mit den oben genannten Druck- und Beschichtungsprozessen zu erzeugen und diese sequentiell aus verschiedenen Materialien aufeinander abzuschneiden. Diese dünnen Schichten sind typischerweise zwischen 1 nm – 1000 nm dick. Defekte in ihnen können während der Dünnschichtabscheidung durch Prozessinstabilitäten entstehen (Nakajima et al., 2005; Voigt et al., 2012). Defekte beschreiben hierbei eine Vielfalt unterschiedlicher Abweichungen vom Sollzustand der zu produzierenden Schicht. Diese Abweichungen der Schichtdicke vom Sollzustand können zu einer reduzierten opto-elektronischen Leistung der OLED (Hernandez-Sosa et al., 2013; Höfle et al., 2014; Raupp et al., 2016) und im schlimmsten Fall zum Kurzschluss des Bauteils führen (Jolt Oostra, Blom & Michels, 2014).

Flüssigphasenprozesse, wie etwa der Tief- und Flexodruck, erzeugen, ausgehend von fluidodynamischen Instabilitäten, mehr oder weniger stark ausgeprägte Defekte in hergestellten Schichten (Bornemann, Sauer & Dörsam, 2011; Bornemann, 2014; Merklein et al., 2019; Raupp et al., 2016; Sauer, Bornemann & Dörsam, 2011; Sauer, Daume & Dörsam, 2015; Stahl, 2013). Diese Defekte sind dabei verschiedenster Natur und deren dominante Strukturgröße ist meist größer als $50\text{ }\mu\text{m}$ (Brumm, Sauer & Dörsam, 2019). Daher ist es wünschenswert, schon während der Prozessentwicklung und der Produktion von Proof-of-Concept-Bauteilen jede hergestellte Schicht einer Kontrolle bezüglich Schichtdicke und Homogenität zu unterziehen. An dieser Stelle sind Schichtdicke und Homogenität getrennt

aufgezählt, da im Nachfolgenden nicht zwangsweise die Schichtdicke bekannt sein muss, um die Homogenität und *versa vice* beurteilen zu können.

Um solche in Druckprozessen auftretende Defekte als Funktion verschiedenster Einflussparameter untersuchen zu können, wurden am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren der Technischen Universität Darmstadt von Bornemann und Stahl bereits zwei Dissertationen veröffentlicht, die sich nicht nur mit neuartigen Messtechnikkonzepten beschäftigten, sondern auch prozessesseitige Einflüsse auf die Herstellung dünner Schichten untersuchten. Die dabei entwickelte Messtechnik ist erstmalig in der Lage, über große Flächen dünne Schichten hinsichtlich ihrer Schichtdicken zu messen. Die Messmethoden verwenden die optischen Eigenschaften der zu prozessierenden Materialien und die optischen Prinzipien der Reflexion (Bornemann & Dörsam, 2013) und der Transmission (Stahl, 2013) der auf Grenzflächen auftreffenden Lichtbündel, um daraus die Schichtdicke zu berechnen.

Damit eignen sich die beiden zuvor erwähnten Methoden, um die Schichtqualität zur Herstellung von OLEDs zu beurteilen. Die Verwendung dieser Messmethoden birgt jedoch auch neue Herausforderungen bei der Anwendung in der Prozessentwicklung von OLEDs: zum einen die Schichtdickenmessung an photolumineszenten Halbleitermaterialien, zum anderen die Messung von Mehrschichtstapeln nacheinander aufgebracht unterschiedlicher Materialien. Photolumineszente Halbleiter absorbieren Licht in einem spektralen Bereich und emittieren aufgrund energetischer Verluste das Licht wieder in einem niedrigerenergetischeren Bereich (Valeur, 2002). Problematisch ist dabei, dass klassische Photodioden ohne Filter das rein transmittierte und das emittierte Licht nicht voneinander trennen können.

Das wissenschaftliche Ziel dieser Arbeit ist, die Limitierungen bereits etablierter Messtechniken aufzuheben und das Spektrum an messbaren Schichtdicken zu erweitern. Neben transparenten Materialien soll Messtechnik für die Messung semitransparenter, absorbierender Materialien umgesetzt werden. Zusätzlich zu den Messungen einzelner Schichten entsteht durch die Tatsache, dass organische Leuchtdioden meist mehrlagige Bauteile sind, eine weitere Herausforderung: das Messen dünner Schichten, die bereits auf zu Grunde liegende Schichten aufgebracht wurden. Im Rahmen dieser Arbeit stellt sich somit die Frage nach einem neuen Konzept zur sukzessiven Messung mehrerer Schichten übereinander.

Die vorliegende Arbeit ist wie folgt strukturiert: Zunächst wird auf die Grundlagen zum Thema OLED und Prozessierung eingegangen, gefolgt von den optischen Grundlagen. Die optischen Grundlagen beschäftigen sich mit der Interaktion zwischen Licht und Materie und dem optischen Modell, welches in dieser Arbeit weiterentwickelt wird. Anschließend wird auf die Limitierungen bestehender Messtechniken sowie auf verschiedene Konzepte zu deren Überwindung eingegangen. Im darauffolgenden Kapitel werden die Umsetzung der beschriebenen Konzepte in Form eines Messaufbaus und die Auslegung der einzelnen

Komponenten aufgezeigt. Zusätzlich zur hardwareseitigen Auslegung wird die softwareseitige Ansteuerung über MATLAB® beschrieben. Neben der hardwareseitigen Umsetzung erfolgt auch die Charakterisierung des optischen Gesamtsystems. Dazu zählen außer dem Spektrum der Beleuchtung auch die spektrale Empfindlichkeit der Sensoren, deren Auflösung, Linearität und Systemverstärkung. Dies wird benötigt, um abschließend die Systemwiederholgenauigkeit bei Messung in Reflexion und Transmission zu bestimmen. Elementar für das etablierte Messsystem ist die Anwendung im realen Fall. Dazu werden verschiedene Materialien sowie deren optische Konstanten charakterisiert, damit im Folgenden die Schichtdicke verschiedener Einzelschichten und Mehrschichtstapel bestimmt werden kann. Aus diesen Ergebnissen lassen sich potentielle Limitierungen der neu etablierten Messtechnik und weitere Entwicklungsschritte ableiten. Abschließend werden die Ergebnisse zusammengefasst und ein Ausblick auf mögliche weitere Entwicklungsschritte gegeben.

2. Grundlagen

Thematisch gliedern sich die Grundlagen in zwei Kernthemen. Zum einen sind es die OLED und deren Prozessierung; das beinhaltet die Funktionsweise, Verfahren und Materialien. Zum anderen sind es die optischen Eigenschaften der Halbleitermaterialien und die Photolumineszenz, die dazu verwendet wird, Rückschlüsse auf die Schichtdicke zu ziehen.

2.1 Flüssigphasenprozessierte OLEDs

Organische Leuchtdioden bestehen aus unterschiedlichen Materialien, die durch verschiedene Prozesse in dünnen Schichten aufeinander aufgetragen werden (Tsujimura, 2017, S. 13). Die Schichtdicken der einzelnen Funktionsschichten hängen dabei stark von deren Aufgabe im fertigen Bauteil ab (Geffroy, Le Roy & Prat, 2006). Die zur Herstellung verwendeten Prozesse unterscheiden sich zunächst grob in so genannte Vakuumbeschichtungsprozesse, bei denen durch Sputtern oder Sublimation dünnste Schichten bis hin zu Monolagen abgeschieden werden können, und so genannte Flüssigphasenprozesse. Bei diesen wird das zu applizierende Material in Form eines Fluid aufgebracht und anschließend getrocknet oder ausgehärtet. Solche Flüssigphasenprozesse bieten neue Möglichkeiten in der Herstellung elektronischer Bauteile mittels konventioneller Massenfertigungsverfahren. Dazu zählen besonders die Druck- und Beschichtungsverfahren, wie sie bereits industriell angewendet werden. Ein großer Vorteil solcher Massenfertigungsverfahren besteht in den niedrigen Produktionskosten und dem hohen Durchsatz mehrerer m/s , wie etwa im Schlitzguss oder im Tiefdruck (Nisato, Lupo & Ganz, 2016). Auch digitale Druckverfahren sind für die Herstellung dünner, funktionaler Schichten geeignet und zeichnen sich vor allem durch ihren hohen Grad an Designfreiheit, ermöglicht durch eine digitale Druckform, aus (Nisato et al., 2016). Mit der Verwendung konventioneller Fertigungsverfahren ergeben sich aber auch neue Herausforderungen, die in der Prozessierung mittels vakuumbasierter Verfahren so nicht auftreten. Auf der einen Seite besteht die Gefahr, dass unterliegende Schichten bei Verwendung ähnlicher Lösemittel angelöst werden, auf der anderen Seite neigen Flüssigphasenprozesse aufgrund hydrodynamischer Instabilitäten zur Ausbildung von Welligkeiten (Brumm et al., 2019; Sauer et al., 2015), die sich dann in der Auskopplung der OLED niederschlagen (Merklein et al., 2019; Raupp et al., 2016; Smarsly, Daume, Tone et al., 2018). Solche Instabilitäten sind zwar nicht vermeidbar; deren Folgen, Welligkeiten im Nassfilm, können aber durch geschickte Fluidformulierungen minimiert werden.

2.1.1 Funktionsweise einer organischen Leuchtdiode (OLED)

Prinzipiell können organische Halbleiter, wie bereits beschrieben, als dünne Schichten aufgebracht werden. Werden diese dünnen Schichten von zwei Elektroden umschlossen und wird eine Spannung angelegt, so entsteht durch Rekombination der injizierten Ladungsträger im Halbleiter ein Photon (Geffroy et al., 2006). Dies ist der einfachste Aufbau einer organischen Leuchtdiode und kommt sehr selten zum Einsatz, da er sehr ineffizient ist. Im Gegensatz zu anorganischen Halbleitern lassen sich organische Halbleiter hinsichtlich Energieniveaus und Ladungstransporteigenschaften nicht mit klassischen Konzepten der Halbleiterphysik abbilden (Shirota & Kageyama, 2007). Die Energieniveaus der organischen Halbleiter werden über das sogenannte Highest Occupied Molecular Orbital (Homo) und das Lowest Unoccupied Molecular Orbital (Lumo) beschrieben. Diese Energieniveaus ergeben sich aus den konjugierten π -Bindungen der Moleküle. Bei Kontakt mit anderen Materialien können diese Niveaus verschoben werden und dadurch Ladungsträger über verringerte oder erhöhte Barrieren in das nächste Material einfacher oder schwieriger übergehen. (Shirota & Kageyama, 2007)

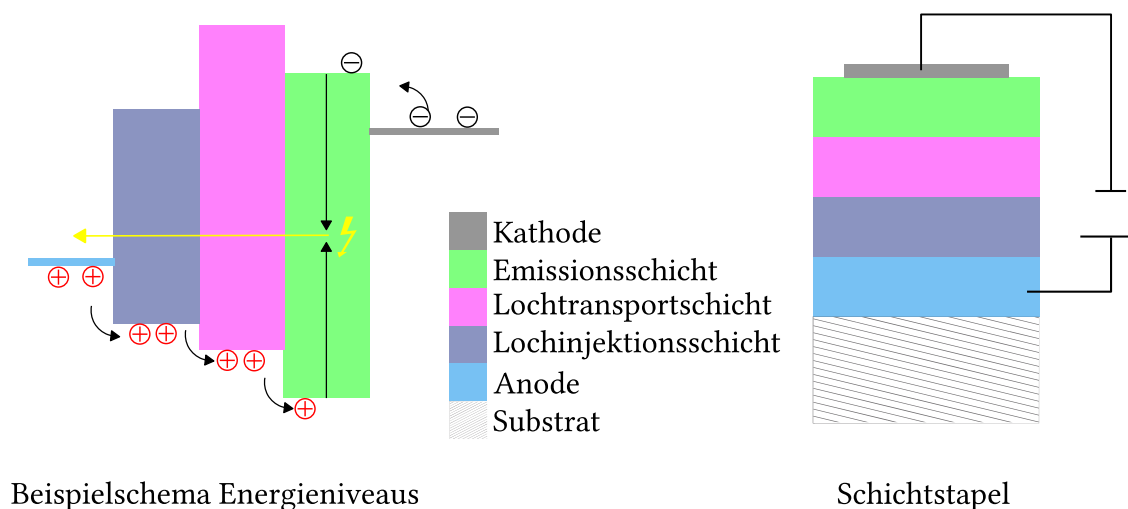


Abbildung 1: Beispiele für einen Schichtaufbau einer OLED. Zu sehen ist der Schichtaufbau auf der rechten Seite. Die Schichten werden sukzessive auf die transparente Anode aufgebracht. Anschließend wird die Kathode über Vakuumprozesse aufgebracht. Links ist das zugehörige Diagramm mit den Energieniveaus der einzelnen Schichten aufgetragen. Die Zeichnung ist nur schematisch und zeichnet ein ungefähres Bild.

Aus diesem Grund werden Materialien mit verschiedenen Energieniveaus aufeinander prozessiert, um die Injektion der Ladungsträger zu verbessern und somit die Effizienz der OLED zu steigern (Geffroy et al., 2006). Im Allgemeinen sei an dieser Stelle auf die gängige Literatur zum Thema OLED verwiesen. Durch das Anlegen einer Spannung an die Elektroden des Schichtstapels werden nun Ladungsträger injiziert, die im Emitter rekombinieren und

dabei Licht emittieren (Bergamini & Silvi, 2016, S. 150–151). Dieser Sachverhalt sowie der Schichtstapel der sukzessive aufeinander prozessierten Schichten ist in Abbildung 1 zu sehen. Die Darstellung ist nur schematisch.

2.1.2 Grundlagen der Photolumineszenz

Bei Beleuchtung verschiedener Materialien mit Licht wird immer ein Teil R reflektiert, ein Teil T transmittiert und, falls es sich um ein absorbierendes Material handelt, ein Teil A absorbiert. Diese Absorption hängt davon ab, wie dick das Material ist. Je dicker, desto stärker ist die Absorption. Für eine genaue Beschreibung sei auf das Kapitel 3.1 verwiesen. Da in dieser Arbeit ein Messsystem zur Messung organischer Halbleiter über deren Absorption untersucht wird, wird hier auf die Absorption eingegangen. Dieser Absorption liegt die so genannte Photolumineszenz zu Grunde. Photolumineszenz beschreibt im Allgemeinen die Absorption eines Photons bei der Interaktion von Licht mit Materie und lässt sich unterteilen in Fluoreszenz und Phosphoreszenz (Valeur, 2002, S. 4). Es können allerdings auch zahlreiche weitere Prozesse nach der Absorption auftreten, die zu nicht strahlenden Rekombinationen etc. führen. Darauf wird allerdings nicht weiter eingegangen. An dieser Stelle sei erwähnt, dass die Grundlagen zur Photolumineszenz hauptsächlich aus Arbeiten von Valeur stammen (Valeur, 2002, 2009; Valeur & Berberan-Santos, 2012). Nach der Absorption des Photons und damit der Anregung des Moleküls in einen höher energetischen Zustand möchte das System relaxieren und wieder in den Grundzustand zurückkommen. Abhängig davon, ob das System von einem $S_0 \rightarrow S_1$ (Singulet-Zustand) oder einem $S_0 \rightarrow T_1$ (Triplet-Zustand) auf das Grundniveau relaxiert, wird von Fluoreszenz ($S_0 \rightarrow S_1$) oder Phosphoreszenz ($S_0 \rightarrow T_1$) gesprochen. Bei der Relaxation wird wiederum ein Photon emittiert. Dieses emittierte Photon besitzt jedoch eine größere Wellenlänge als das absorbierte Photon, da aufgrund interner Verlustprozesse ein Teil der Energie verloren geht. Weil das T_1 -Niveau niedriger als das S_1 -Niveau liegt, ist das Emissionsspektrum eines phosphoreszenten Prozesses im niedrig energetischeren Bereich als das eines fluoreszenten Emissionsprozesses (Valeur, 2009, S. 483). Prinzipiell können angeregte Zustände auch anders relaxieren, dabei wird aber unter Umständen kein Photon emittiert. Da die Photonemission ein Kerngedanke zur Auslegung der späteren Messtechnik ist, werden nicht emittierende Relaxationsprozesse nicht betrachtet.

Ein phosphoreszentes Material ist der organische Halbleiter Superyellow, der auch in dieser Arbeit verwendet wird (Merck KGaA, 2015). Dieses PPV-Copolymer besitzt ein breites Absorptionsspektrum im blauen-grünen Bereich des sichtbaren Lichtspektrums und emittiert im gelben Bereich des Lichtspektrums. Für weitere Informationen zu diesem Materialsystem sei auf die folgende Literatur von Braig (2015, 2017), Burns, MacLeod, Trang Do, Sonar, Yambem (2017) sowie Lanz, Lindh, Edman (2017) verwiesen. Eine weitere Materialgruppe, die ebenfalls in diese Kategorie Material gehört und wegen ihres Emissionsspektrums eine weiterentwickelte Messtechnik benötigt, sind so genannte Poly-

(para-phenyleneethynylene) (PPEs), welche auch in flüssigphasenprozessierten OLEDs verwendet werden (Markl et al., 2014; Smarsly, Daume, Braig et al., 2018; Smarsly, Daume, Tone et al., 2018).

2.1.3 Verfahren zur Herstellung dünner Schichten in der gedruckten Elektronik / OLEDs

Um Applikationen auf Basis gedruckter Elektronik kosteneffizient entwickeln zu können ist es wichtig, bereits während der Entwicklungsphase skalierbare Prozesse bei der Herstellung dünner Filme zu verwenden. Skalierbar bedeutet, dass die im Labor erarbeiteten Prozessparameter auf den industriellen Maßstab übertragen werden können. Dazu eignen sich sowohl konventionelle, wie auch digitale Druckverfahren. Diese Massenproduktionsverfahren zeichnen sich durch reproduzierbare und schnelle Herstellung verschiedenster Informationen auf Substraten aus. Der Unterschied zwischen konventionellen und digitalen Druckverfahren besteht in der Druckform. Nur bei konventionellen Druckverfahren ist die Druckform physisch vorhanden (Nisato et al., 2016, S. 69). Im Laufe der Prozessentwicklung spielt das Substrat, also das Trägermaterial, auf welches die Schichten aufgebracht werden, eine wichtige Rolle. Durch das Substrat und dessen Materialeigenschaften entscheidet sich die Art des Substrattransports. Das gilt sowohl im Labor, als auch im industriellen Maßstab. Generell wird in vier verschiedene Substrattransportmechanismen unterschieden: Rolle-zu-Rolle, Bogen-zu-Bogen, Bogen auf Transportträger, Rolle-zu-Bogen. Einen detaillierten Einblick und verschiedenste Überlegungen zu den Vor- und Nachteilen bieten die Veröffentlichungen von Willmann (2013; 2014). Rigide Substrate allerdings lassen sich nur im Bogen auf Transportträger, im Folgenden Shuttle genannt, transportieren und verarbeiten. Zu rigiden Substraten zählen neben beschichteten Gläsern auch Siliziumwafer oder Keramiken. Ein weiterer Vorteil der Prozessierung einzelner Substrate liegt in der Entkopplung der Prozessgeschwindigkeit des Gesamtherstellungsprozesses von den einzelnen Prozessschritten. Während bei Rolle-zu-Rolle-Prozessen die Geschwindigkeit des Gesamtprozesses durch den langsamsten Prozessschritt vorgegeben ist, kann dieser in shuttlebasierten Systemen durch beispielsweise Entnahme der Shuttle entkoppelt werden. Dies ist relevant, da vor allem bei Verfahren wie etwa Tief- oder Flexodruck die Variation der Prozessgeschwindigkeit die Homogenität der gedruckten Schicht beeinflussen kann (Bornemann, 2014; Sauer et al., 2015). Im Folgenden wird auf die Verfahren Tief- und Flexodruck eingegangen, weil diese vom Autor während der Tätigkeit am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren, Technische Universität Darmstadt, hauptsächlich verwendet wurden. Neben diesen beiden Verfahren werden in der gedruckten Elektronik auch Inkjet und Siebdruck, aber auch Beschichtungsverfahren wie etwa Schlitzguss und Rakelbeschichtung eingesetzt. Einen guten Überblick über verschiedene Verfahren und deren Verwendung in der Herstellung Rolle-zu-Rolle gedruckter Bauteile zeigen die Veröffentlichungen von Krebs et al. (2009; 2009; 2009a, 2009b, 2009c; 2010;

Sandström, Dam, Krebs & Edman, 2012; Søndergaard, Hösel, Angmo, Larsen-Olsen & Krebs, 2012; Søndergaard, Hösel & Krebs, 2013).

Aufgrund der chemischen Resistenz der Chromoberfläche eines Tiefdruckzylinders eignet sich dieses Verfahren für die Herstellung gedruckter Schichten, da organische Halbleitermaterialien häufig in aromatischen Lösemitteln gelöst werden. Zusätzlich weisen solche chrombeschichteten Zylinder sehr hohe Standzeiten auf. Somit können Bauteile mit hoher Reproduzierbarkeit hergestellt werden.

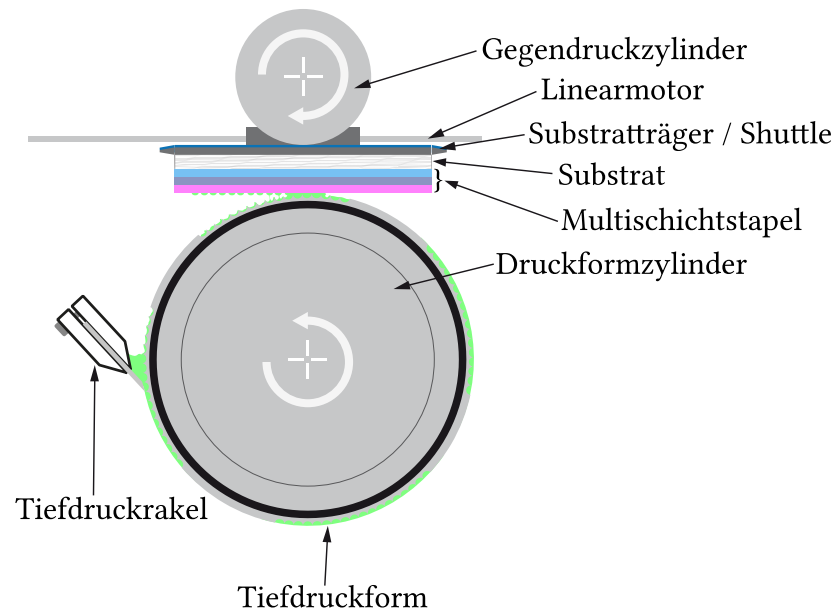


Abbildung 2: Prinzipskizze shuttlebasierter Tiefdruck. Angelehnt an Merklein, Daume, Braig et al. (2019).

Schematisch ist die Funktionsweise eines shuttlebasierten Tiefdrucks in Abbildung 2 dargestellt. Das Shuttle, auf dem das Substrat, mit oder ohne bereits prozessierte Schichten, aufgebracht ist, wird mittels Linearantrieb zwischen Gegendruck- und Druckformzylinder auf Kontakt hindurchgefahren. Dabei wird aus den einzelnen Näpfchen über Farbspaltung das Fluid auf das Substrat übertragen. Die Dosierung des Fluides erfolgt dabei über das Tiefdruckkrakel, welches überflüssiges Fluid von den Tiefdruckzellen abstreicht. Anschließend wird die gedruckte, noch nasse Schicht getrocknet und nach Bedarf postprozessiert. Anhand der Prinzipskizze wird klar, dass durch die Verwendung des Shuttles eine Entkopplung der einzelnen Prozessschritte erreicht werden kann. Einen guten Überblick über verschiedenste Veröffentlichungen zur Entwicklung des Prozesses Tiefdruck und die Verwendung des Tiefdrucks in der gedruckten Elektronik bietet das Review von Grau et al. (2016). Für eine Einführung in das Thema Näpfchen, Gravuren und Definition des Tonwertes sei auf nachfolgende Veröffentlichungen verwiesen (Hennig, Selbmann & Brüning, 2008; Henning, Selbmann, Mattheus, Kecke & Brüning, 2006; Murray, 1936; Wessendorf, 2002).

Prinzipiell können auf die oben beschriebene Art verschiedenste Materialien aufeinander prozessiert werden. Die Homogenität der Schicht hängt dabei von einem komplexen Zusammenspiel zwischen Fluid, Druckform, Substrat und Prozessparametern ab (Bornemann et al., 2011; Brumm et al., 2019; Hernandez-Sosa et al., 2013; Nakajima et al., 2005; Sauer et al., 2015). In der Literatur wird der Tiefdruck sowohl zur Herstellung gedruckter organischer Transistoren als auch gedruckter Solarzellen und gedruckter OLEDs verwendet. Für einen Überblick zum Thema gedruckte Solarzellen sei an dieser Stelle auf die folgenden Veröffentlichungen verwiesen: (Apilo, 2015; Kapnopoulos et al., 2016; Kopola et al., 2010; Kopola et al., 2011; Vak et al., 2016; Voigt et al., 2011; Voigt et al., 2012; Yang et al., 2013).

Zahlreiche Publikationen beschäftigen sich mit der Prozessierung einzelner (Cho et al., 2011; Koidis et al., 2011) und mehrerer Schichten (Kim, Lee, Lee, Cho & Chae, 2011) im Tiefdruck und deren Charakterisierung (Bornemann et al., 2011; Bornemann & Dörsam, 2013; Chung, Huang, Bradley & Campbell, 2010; Chung, Leem, Bradley & Campbell, 2011; Lee, 2009; Lee, Kim, Cho & Chae, 2010; Markl et al., 2014; Smarsly, Daume, Braig et al., 2018; Smarsly, Daume, Tone et al., 2018). Kritisch ist hierbei, wie bereits erwähnt, immer die Homogenität der gedruckten Schichten. Die Veröffentlichungen von Raupp, Daume & Merklein et al. (2016), Nakajima et al. (2005) und Merklein, Daume & Braig et al. (2019) zeigen den Einfluss typischer hydrodynamischer Instabilitäten, die sich in der getrockneten Schicht widerspiegeln und sich dadurch auf die Homogenität der Leuchtfläche auswirken. Eine Beeinflussung der Leuchtflächenhomogenität durch Schwankung der Emitterschichtdicke kann auch bei vakuumprozessierten Bauteilen festgestellt werden (Slawinski, 2014, S. 117–118). Folgende Veröffentlichungen bieten einen zusätzlichen Einblick in das Thema tiefgedruckter OLEDs: (Daume et al., 2014; Hernandez-Sosa et al., 2014; Kopola, Tuomikoski, Suhonen & Maaninen, 2009; Michels, Winter & Symonds, 2009; Nakajima et al., 2005; Tekoglu, Hernandez-Sosa, Kluge, Lemmer & Mechau, 2013; Tekoglu et al., 2014a, 2014b).

2.2 Messverfahren zur Charakterisierung dünner Schichten

Die Messung der Schichtdicke dünner Schichten ist nicht nur in der gedruckten Elektronik relevant, sondern auch in anderen Bereichen, wie etwa in der klassischen Halbleiterindustrie oder der Produktion anorganischer Solarzellen. Klassischerweise kommen hierbei außer taktilen Messverfahren auch optische Verfahren und Ellipsometrie (Fujiwara & Kondo, 2005) zum Einsatz. Sowohl taktile Messverfahren als auch Ellipsometrie haben gemein, dass diese nur einen kleinen Messbereich bzw. eindimensionale Profile aufnehmen können. Optische Messverfahren, etwa Weißlichtinterferometrie, sind dagegen in der Lage auch Flächen einiger mm^2 aufzunehmen. Nachteilig ist, dass alle oben genannten Verfahren nicht in der Lage sind, ohne Mehrfachmessungen beispielsweise mehrere Messspots oder Stitching, große Flächen

in kurzer Zeit zu messen. An dieser Stelle sei darauf hingewiesen, dass natürlich obige Messverfahren eine sehr hohe räumliche Messauflösung besitzen. Ein interessantes Beispiel zeigen Faircloth et al. (2008), die großflächige Schichtdickenmessungen an schlitzzegossenen OLED-Schichten über eine Kombination von taktilen und optischen Profilometermessungen realisiert haben.

Die Bestrebung, dünne Schichten mittels einfacher optischer Messverfahren zu messen, gibt es bereits seit den 1980er Jahren durch Parthasarathy, Wolf, Hu, Hackwood & Beni (1987), gefolgt von mehreren Veröffentlichungen durch Hartl et al. (1997; 1997). Allen gemeinsam ist das Konzept der Messungen dünner Schichten über deren Dünnschichtinterferenz und einer anschließenden Analyse der Farbkoordinaten des RGB-Sensors. Die Auswertalgorithmen der unterschiedlichen Autoren variieren allerdings. Hirth (2011, S. 56) stellt unter anderem ein weiteres, allerdings auf einen kleinen Messspot fokussiertes optisches Messsystem vor, welches in der gedruckten Elektronik für die inline-fähige Messung dünner Schichten eingesetzt wird. Auch wird ein Messsystem zur Messung der Dicke verschiedener absorbierender Proben über die Absorption aufgezeigt (Hirth, 2011, S. 108–110). Die Auflösung dieses Systems liegt bei $\pm 10 \text{ nm}$ (Hirth, 2011, S. 110) und ist somit vergleichbar zu dem System, das im Rahmen dieser Arbeit vorgestellt wird. Gruber et al. (2016) verwenden ein hyperspektrales bildgebendes Verfahren, bei welchem Schichtdicken und Brechungsindizes gemessen werden können, allerdings liegt auch bei diesem System der Nachteil in der vergleichsweise geringen Auflösung.

Einen interessanten Ansatz verwenden auch Bergqvist et al. (2013), Toolan et al. (2014; 2013; 2015). Dabei werden rotationsbeschichtete Proben während des Prozesses mit schmalbandigem Licht beleuchtet und die Interferenz mittels CMOS/CCD-Chip aufgenommen. Anschließend wird, ausgehend von der getrockneten Schicht, dem vorher bekannten Brechungsindex des Fluides und des Feststoffes sowie der Wellenlänge der Beleuchtung, über das Durchlaufen der schichtdickenabhängigen Interferenzminima und Maxima die Schichtdicke rekonstruiert. Stamm (2017) hat diesen Ansatz teilweise übernommen und ein Schichtdickenmesssystem für trocknende, gedruckte Schichten umgesetzt. Mit Hilfe solcher „Live-Levelling¹“-Untersuchungen können die Prozesse direkt beobachtet und Rückschlüsse auf die Prozessparameter gezogen werden. Nachteilig an diesen Messmethoden ist der vergleichsweise hohe Berechnungsaufwand, der mit Auflösung und Zeitskala weiter steigt.

Neben diesen Ansätzen gibt es auch Arbeiten, die sich mit einer einfachen Umsetzung messtechnischer Systeme befassen, die in der Lage sind, große Flächen schnell zu messen und zu analysieren. Solche Systeme wurden von Bornemann (2011; 2013; 2014) auf Basis von

¹ Dieser Begriff wird vom Autor verwendet, um diese Art der Messmethode zu kategorisieren.

Dünnschichtinterferenz dünner Schichten, von Stahl (2013) auf Basis der Absorption spezieller beigefügter Farbstoffe und von Higgins auf Basis der Reflexion realisiert. Allen ist gemeinsam, dass ein scannendes System eingesetzt wurde.

3. Optische Modellierung der Dünnschichtmesstechnik

Die hier vorgestellten Messprinzipien basieren auf den Grundlagen der Brechung und Reflexion einzelner Lichtbündel bei Auftreffen auf eine Grenzschicht zweier Medien mit unterschiedlichen Brechungsindizes. Mit Hilfe geeigneter Modelle können anschließend anhand der Interferenzmuster und der Absorption Rückschlüsse auf die Schichtdicke gezogen werden. Erste Konzepte dieser Art wurden bereits von Stahl (2013) und Bornemann (2014) am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren, Technische Universität Darmstadt, im Rahmen zweier Dissertationen umgesetzt und untersucht. Aufbauend auf diesen Arbeiten wurde die Messtechnik erweitert, um auch photolumineszente Halbleitermaterialien in Reflexion und Transmission sowie Mehrschichtstapel in Bauteilen zu messen.

3.1 Optische Grundlagen

Dieses Kapitel hat den Anspruch, das optische Modell möglichst vollständig zu erklären und herzuleiten. Dazu zählen neben den Grundlagen, also die elektromagnetische Welle sowie deren Interaktion mit Materialien und Grenzflächen, auch die Transfermatrixformalismen und die Kontrastwertmethode nach Bornemann (2014). Zunächst werden die optischen Grundlagen für die Reflexion und Transmission elektromagnetischer Wellen erläutert, gefolgt von der Beschreibung einzelner dünner Filme im Transfermatrixformalismus. Abschließend wird das Modell nach Bornemann erklärt, welches auf den hergeleiteten Grundlagen basiert.

3.1.1 Reflexion, Transmission und Absorption elektromagnetischer Wellen

Aus den Maxwell'schen Gleichungen lassen sich die Eigenschaften elektromagnetischer Wellen sowie deren Verhalten bei Auftreffen auf Grenzflächen beschreiben. Für die Grundlagen zu den Maxwell'schen Gleichungen (Maxwell, 1865) sei an dieser Stelle auf gängige Optikbücher verwiesen (Demtröder, 2006, S. 231–235). Die folgenden Herleitungen sind an die Standardwerke von Pedrotti *et al.* (2005), Litfin *et al.* (2005), Demtröder (2006), Meschede (2008), Schröder & Treiber (2014) sowie Hering & Martin (2017) angelehnt. Das Prinzip der Maxwell'schen Gleichungen liegt in der Beschreibung des Lichtes als elektromagnetische Welle. Diese besteht aus einem elektrischen Feldanteil \vec{E} und einem magnetischen Feldanteil \vec{B} . Eine elektromagnetische Welle stellt auch eine Form des Energietransports dar, dieser wird über den so genannten Poynting-Vektor $\vec{S} = \frac{1}{\mu_0} (\vec{E} \times \vec{B})$ ausgedrückt (Macleod, 2010, S. 18–19). Im Folgenden wird nur der elektrische Feldanteil \vec{E} betrachtet.

$$\vec{E} = \vec{E}_0 e^{-i(\omega t - \vec{k} \vec{r})} \quad (3.1)$$

Gleichung (3.1) beschreibt die Ausbreitung des elektrischen Feldes im Vakuum mit Ortsvektor \vec{r} zur Zeit t mit der zeitlichen Frequenz ω und dem Wellenvektor beziehungsweise der Ortsfrequenz \vec{k} . \vec{k} ergibt sich aus der Randbedingung der periodischen Bewegung einer Welle. Die Richtung von \vec{k} ist auch die Ausbreitungsrichtung der elektromagnetischen Welle. Wellenlänge und Wellenvektor sind über dessen Betrag wie folgt verknüpft:

$$|\vec{k}| = \frac{2\pi}{\lambda} \quad (3.2)$$

λ beschreibt die Wellenlänge der propagierenden Welle. Der Amplitudenvektor \vec{E}_0 stellt die Richtung und die maximale Stärke, die Amplitude, des elektrischen Feldvektors dar. Aus der Lage und der Bewegung des Amplitudenvektors \vec{E}_0 ergibt sich die Polarisation der Wellen. Ist die Richtung des Feldvektors zeitlich und räumlich konstant, handelt es sich um linear polarisiertes Licht; ist die beschriebene Bahn zeitabhängig, so ist das Licht zirkular oder elliptisch polarisiert. Unpolarisiertes Licht ist eine Überlagerung aller vorhandenen Polarisationsarten. Daher reduziert sich der elektrische Feldvektor zu

$$\vec{E}_0 = E_0 \quad (3.3)$$

Dies wird im weiteren Verlauf des Kapitels relevant, da im Folgenden von unpolarisiertem Licht ausgegangen wird. Um die Beschreibung und Herleitung einfacher zu gestalten, wird trotzdem zunächst der Amplitudenvektor betrachtet. Trifft eine einfallende, elektromagnetische, ebene Welle der Form

$$\vec{E}_e = \vec{E}_{0e} e^{i(\omega_e t - \vec{k}_e \vec{r})} \quad (3.4)$$

unter einem Winkel α auf eine Grenzfläche zweier Medien mit den Brechungsindizes $n_1 \neq n_2$, so wird ein Teil der Welle mit Winkel α' und gleichem Betrag reflektiert, während der restliche Teil an der Grenzfläche unter dem Winkel β gebrochen wird. Der Sachverhalt ist in Abbildung 3 dargestellt und veranschaulicht das Verhalten der elektromagnetischen Welle bei Auftreffen auf eine Grenzfläche.

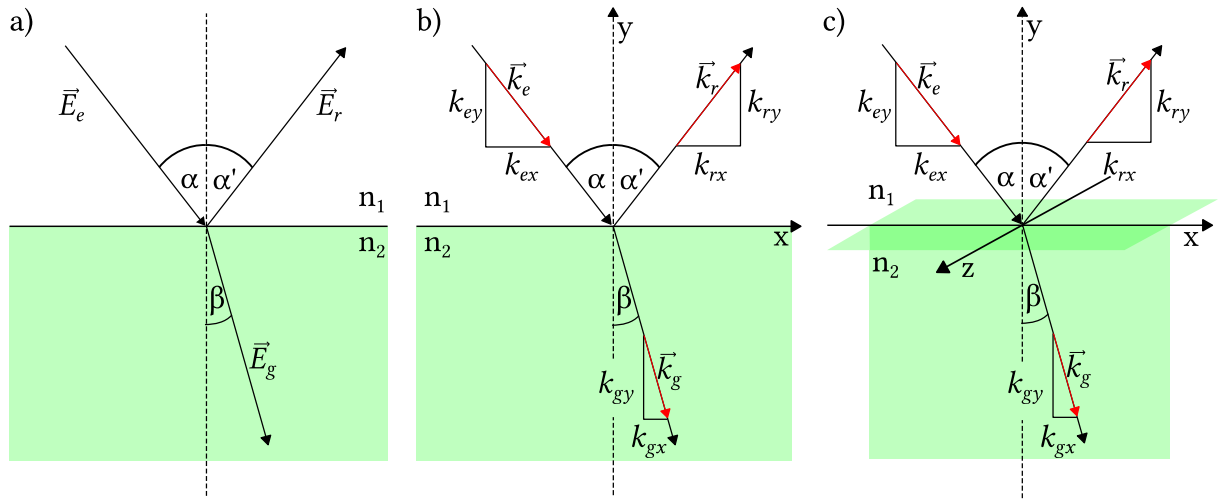


Abbildung 3: An einer Grenzfläche reflektierte \vec{E}_r und transmittierte \vec{E}_g elektromagnetische Welle. Beim Übergang von Medium 1 mit Brechungsindex n_1 in das optisch dichtere Medium 2 mit Brechungsindex n_2 wird die elektromagnetische Welle zum Lot hin gebrochen. b) Wellenvektoren der einzelnen Teilwellen und deren Komponenten in der x-y-Ebene. c) Wellenvektoren der einzelnen Teilwellen. Es ist zu sehen, dass die Wellenvektoren der Einfachheit halber keine Komponenten in z-Richtung besitzen. Angelehnt an (Demtröder, 2006, S. 234, 2006, S. 232).

Der Brechungsindex n ist ein materialspezifischer Parameter, der die Ausbreitungsgeschwindigkeit c_1 der elektromagnetischen Wellen im Material in Relation zur Ausbreitungsgeschwindigkeit c_{vac} im Vakuum setzt. Diesen Zusammenhang verdeutlicht $n_1 = \frac{c_{vac}}{c_1}$ (Litfin, 2005, S. 11). Als Näherung zur modellhaften Beschreibung ist dies zunächst ausreichend, muss aber im weiteren Verlauf noch um die Dispersion und die Absorption ergänzt werden, um das Modell zu vervollständigen. Die reflektierte Welle (\vec{E}_r) und die gebrochene Welle (\vec{E}_g) lassen sich wie folgt beschreiben:

$$\vec{E}_r = \vec{E}_{0r} e^{i(\omega_r t - \vec{k}_r \vec{r})} \quad (3.5)$$

$$\vec{E}_g = \vec{E}_{0g} e^{i(\omega_g t - \vec{k}_g \vec{r})} \quad (3.6)$$

$\vec{E}_{0g}, \vec{E}_{0r}$ stellen die Amplitudenvektoren der einzelnen Teilwellen dar. Prinzipiell besteht die Amplitude der E- und B-Felder aus einer orthogonalen und einer parallelen Komponente mit Bezug auf die Oberflächennormale. Aus der Bedingung, dass die orthogonalen Komponenten der E-Felder der einzelnen Wellen E_e, E_r, E_g stetig im Punkt der Reflexion und Transmission an der Grenzfläche sein müssen, folgt unter der Bedingung $\vec{r} = 0$

$$E_{0e} e^{i(\omega_e t)} + E_{0r} e^{i(\omega_r t)} = E_{0g} e^{i(\omega_g t)} \quad (3.7)$$

Aus Gleichung (3.7) ergibt sich, dass es nur dann eine Lösung $\neq 0$ geben kann, wenn alle drei Wellen zum Zeitpunkt t mit der gleichen Frequenz schwingen. Da die Stetigkeit der orthogonalen Komponenten der Teilwellen an jedem Ort \vec{r} der Grenzfläche Beständigkeit hat, muss Phasengleichheit gelten (Demtröder, 2006, S. 233). Die Wellenvektoren der Teilwellen liegen dabei in einer Ebene. Es folgt, dass sich nur die Ausbreitungsgeschwindigkeit c_1 und c_2 sowie die Richtung und somit der Betrag des Wellenvektors \vec{k} ändern kann.

$$|\vec{k}| = k_g = \frac{2\pi}{\lambda_g} = \frac{\omega}{c_2} = n_2 \frac{\omega}{c_1} \quad (3.8)$$

Bei Betrachtung der Wellenvektoren, der aus der Stetigkeitsbedingung geforderten Phasengleichheit aller drei Teilwellen und der geometrischen Überlegungen bei Zerlegung des Wellenvektors in seine Komponenten (siehe Abbildung 3) ergibt sich das Snelliussche Brechungsgesetz. Dieses Gesetz geht auf den Gelehrten Willebrord Snellius zurück, wird aber zu einer ähnlichen Zeit auch von Descartes (1637) überliefert. Die ersten Entdeckungen zur Gesetzmäßigkeit bei reflektiertem Licht gehen jedoch bis zurück in die Antike und das frühe Mittelalter (Winter, 1953). Das Snelliussche Brechungsgesetz ist in Abbildung 3 für die geometrische Optik dargestellt. (Demtröder, 2006, S. 233)

$$\frac{\sin \alpha}{\sin \beta} = \frac{c/n_1}{c/n_2} = \frac{n_2}{n_1} \quad (3.9)$$

Durch Verwendung des Snelliusschen Brechungsgesetzes kann der Winkel, unter dem die Teilwelle gebrochen wird, als Funktion der Brechungsindizes und des Winkels der auftreffenden Teilwelle berechnet werden (Meschede, 2008, S. 4).

Im Folgenden werden die Amplituden und deren Verhältnisse zu den einzelnen Teilwellen betrachtet. Aus den Amplitudenverhältnissen der jeweiligen Teilwellen können das Reflexions- R und das Transmissionsvermögen T berechnet werden. Hierzu werden die Amplitudenvektoren \vec{E}_{0e} , \vec{E}_{0r} und \vec{E}_{0g} der einzelnen Teilwellen untersucht. Diese können jeweils in zwei Komponenten, eine senkrecht und eine parallel zur Einfallsebene stehende, zerlegt werden. Im Folgenden wird nur die senkrechte vektorielle Komponente E_{0es} , E_{0rs} und E_{0gs} der Amplitudenvektoren berücksichtigt, da diese, wie bereits erwähnt, orthogonal zur Einfallsebene² und somit stetig ist. Daraus lassen sich die relevanten Parameter R und T herleiten.

² Zur Veranschaulichung siehe Einfallsebene x,z in Abbildung 3 c).

Analog zu Gleichung (3.7) und der Forderung der Stetigkeit an der Grenzfläche ergibt sich für die Amplitudenvektoren:

$$E_{0es} + E_{0rs} = E_{0gs} \quad (3.10)$$

Aus der Grundvoraussetzung, dass auch die magnetischen Feldvektoren stetig sein müssen, lassen sich die Amplitudenverhältnisse berechnen. Da der magnetische Feldvektor \vec{B} immer senkrecht auf dem elektrischen Feldvektor und dem Wellenvektor steht, ist dieser proportional zu deren Kreuzprodukt.

$$\vec{B} \propto (\vec{k} \times \vec{E}) \quad (3.11)$$

Nach wie vor trifft die einfallende elektromagnetische Welle, wie in Abbildung 4 dargestellt, auf die Grenzfläche. Die einzelnen Komponenten des Wellenvektors lassen sich über die Winkel α, β der einzelnen Teilwellen sowie dessen Betrag $|\vec{k}_{e,g}|$ berechnen.

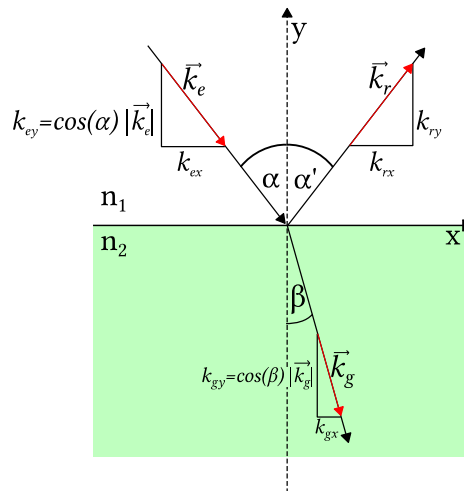


Abbildung 4: An Grenzflächen reflektierte und transmittierte Wellenvektoren. Die Abhängigkeit der y-Komponente vom Brechungswinkel ist am jeweiligen Wellenvektor beschrieben.

Es gilt, wie in Abbildung 4 zu sehen, $\vec{k}_e = \{k_{ex}, k_{ey}, 0\}$, $\vec{k}_r = \{k_{rx}, k_{ry}, 0\}$, $\vec{k}_g = \{k_{gx}, k_{gy}, 0\}$. Die Amplitudenvektoren ergeben sich zu $\vec{E}_{0es} = \{0, 0, E_{0es}\}$, $\vec{E}_{0rs} = \{0, 0, E_{0rs}\}$, $\vec{E}_{0gs} = \{0, 0, E_{0gs}\}$. Daraus folgt das Kreuzprodukt

$$(\vec{k}_e \times \vec{E}_{0es}) + (\vec{k}_r \times \vec{E}_{0rs}) = (\vec{k}_g \times \vec{E}_{0gs}) \quad (3.12)$$

$$\begin{pmatrix} k_{ey}E_{0es} \\ -k_{ex}E_{0es} \\ 0 \end{pmatrix} + \begin{pmatrix} k_{ry}E_{0rs} \\ -k_{rx}E_{0rs} \\ 0 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} k_{gy}E_{0gs} \\ -k_{gx}E_{0gs} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.13)$$

Werden die geometrischen Bedingungen $k_{ex} = -k_{rx}$ sowie die unterschiedlichen Phasengeschwindigkeiten in beiden Medien aus Gleichung (3.8) und (3.10) im Gleichungssystem in Gleichung (3.13) berücksichtigt, können folgende Relationen hergeleitet werden:

$$E_{0gs} = \frac{2}{1+x} E_{0es} \quad \text{mit } x = \frac{k_{gy}}{k_{ey}} = \frac{n_2 \cos \beta}{n_1 \cos \alpha} \quad (3.14)$$

$$E_{0rs} = \frac{1-x}{1+x} E_{0es} \quad (3.15)$$

Daraus ergeben sich direkt die Fresnel-Koeffizienten für Reflexion und Transmission der senkrechten Komponente der Amplitudenvektoren. Die Koeffizienten für die parallelen Komponenten lassen sich analog zu den hier gezeigten Berechnungen durchführen.

$$\varrho_s = \frac{E_{0rs}}{E_{0es}} = \frac{1-x}{1+x} = \frac{n_1 \cos \alpha - n_2 \cos \beta}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \beta} \quad (3.16)$$

$$\varrho_p = \frac{E_{0rp}}{E_{0ep}} = \frac{1-x}{1+x} = \frac{n_2 \cos \alpha - n_1 \cos \beta}{n_2 \cos \alpha + n_1 \cos \beta} \quad (3.17)$$

$$\tau_s = \frac{E_{0gs}}{E_{0es}} = \frac{2}{1+x} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \beta} \quad (3.18)$$

$$\tau_p = \frac{E_{0gp}}{E_{0ep}} = \frac{2}{1+x} = \frac{2n_1 \cos \alpha}{n_2 \cos \alpha + n_1 \cos \beta} \quad (3.19)$$

Mit Hilfe der Fresnel-Koeffizienten in den Gleichungen (3.16, 3.17, 3.18, 3.19) ist es also möglich, die Amplitudenverhältnisse einer einfallenden elektromagnetischen Welle bei Auftreffen auf eine Grenzfläche zweier Medien mit den Brechungsindizes n_1, n_2 in Abhängigkeit des Auftreffwinkels zu berechnen. Diese unterscheiden sich je nach Polarisation. Für senkrechten Lichteinfall ist die Polarisation allerdings vernachlässigbar, da sich bei senkrechtem Lichteinfall die Richtung des Amplitudenvektors (Polarisation) nicht verändert. Bei unpolarisiertem Licht liegt statistisch gesehen eine Mischung aller Polarisationsarten vor. Das wird im Folgenden angenommen. Um die Fresnel-Koeffizienten technisch nutzbar zu machen, ist es allerdings notwendig, die Intensität der Teilwellen zu berechnen. Dies liegt daran, dass es nicht möglich ist, die Amplitude einer

elektromagnetischen Welle direkt zu messen. Photodetektoren können ausschließlich die Intensität bzw. die Strahlungsleistung der elektromagnetischen Welle detektieren.³ Aus diesem Grund wird im Folgenden der Reflexions- und Transmissionsgrad (R, T) berechnet:

$$I_e \propto |E_{0es}|^2, I_r \propto |E_{ors}|^2, I_g \propto |E_{ogs}|^2 \quad (3.20)$$

Die Intensitäten der elektromagnetischen Teilwellen in Gleichung (3.20) sind proportional zu deren Amplitudenquadrat. Im Rahmen dieser Arbeit wird die Annahme getroffen, dass ausschließlich Licht, welches sich senkrecht zur Grenzfläche ausbreitet, detektiert wird. Die Gründe für diese Annahme liegen im optischen Aufbau und werden detailliert in Kapitel 4.2.7 diskutiert. Der Winkel, unter dem eine Teilwelle reflektiert bzw. transmittiert wird, ergibt sich somit zu $\alpha = \alpha' = \beta = 0^\circ$, da das Reflexions- (R_s) und Transmissionsvermögen (T_s) einer Grenzfläche über den Anteil der Intensitäten der einzelnen Teilwellen zur einfallenden Welle definiert ist. I_e beschreibt die Intensität der einfallenden Welle, I_r die Intensität der reflektierten und I_g die Intensität der gebrochenen Teilwelle. Daraus ergeben sich für einen Einfallswinkel von $\alpha = 0^\circ$ folgende Gleichungen:

$$R_s = \frac{I_r}{I_e} = \left(\frac{E_{ors}}{E_{0es}} \right)^2 = \left(\frac{n_1 \cos \alpha - n_2 \cos \beta}{n_1 \cos \alpha + n_2 \cos \beta} \right)^2 \underset{\alpha, \beta = 0^\circ}{=} \left(\frac{n_1 - n_2}{n_1 + n_2} \right)^2 \quad (3.21)$$

$$T_s = \frac{I_g}{I_e} \underset{\alpha, \beta = 0^\circ}{=} \frac{n_2 E_{ogs}}{n_1 E_{0es}} = \frac{4n_1 n_2}{(n_1 + n_2)^2} \quad (3.22)$$

Für senkrechten Lichteinfall sind die Formeln für das Reflexions- und Transmissionsvermögen unabhängig von der Schwingungsrichtung des Amplitudenvektors; es gilt $R_s = R_p$ und $T_s = T_p$ bei senkrechtem Lichteinfall. Der Index p bedeutet in diesem Fall parallel zur Grenzfläche, an der das Strahlenbündel reflektiert bzw. transmittiert wird. Somit wird auch deutlich, weshalb die Polarisation im vorliegenden Versuchsaufbau vernachlässigt werden kann. Unter Verwendung der in den Gleichungen (3.21) und (3.22) gezeigten Zusammenhänge und der Energieerhaltung gilt, dass in einem System mit ausschließlich reellen Brechungsindizes $n_1, n_2 \in \mathbb{R}^{\geq 1}$ die Summe aller Teilbeiträge genau eins ergibt:

$$T + R = 1 \quad (3.23)$$

³ Bei einer Wellenlänge von 420 nm schwingt eine elektromagnetische Welle im Vakuum mit einer Frequenz von $713,8 \text{ THz}$. Da kein Strahlungsdetektor dazu in der Lage ist, mit einer solchen Ausleserate zu arbeiten, wird hier das zeitliche Mittel der Intensität verwendet. Pedrotti (2005, S. 252)

Die gezeigte Herleitung des Reflexions- und Transmissionsvermögens beruht auf der Annahme, dass die transmittierte Welle keinerlei Verluste im durchlaufenden Medium durch Absorption oder Streuung erfährt. Verluste bedeuten in diesem Fall eine Dämpfung des Amplitudenvektors E_{0g} und können in Form eines auftretenden Leitungsstroms oder eines dissipativen Verschiebestroms beschrieben werden (Pedrotti, 2005, S. 594). Um die Absorption in das obige Modell aus Gleichung (3.21) und (3.22) integrieren zu können, ist es notwendig, den reellen Brechungsindex n um einen Imaginärteil zu erweitern. Prinzipiell ist an dieser Stelle anzumerken, dass alle Medien einen komplexen Brechungsindex N besitzen, der Imaginärteil aber für transparente Materialien meist vernachlässigbar klein ist.

$$N = n + i\kappa \quad (3.24)$$

Gleichung (3.24) zeigt den Brechungsindex in komplexer Schreibweise. n steht hierbei für den Realteil des Brechungsindex $\mathcal{Re}(N) = n$, κ für den Imaginärteil des Brechungsindex $\mathcal{Im}(N) = \kappa$. Außerdem besitzt der komplexe Brechungsindex eine wellenlängenabhängige Komponente, so dass $N \rightarrow N(\lambda)$ gilt. Wird Gleichung (3.4) um den komplexen Brechungsindex erweitert, ergibt sich Gleichung (3.25) für eine ebene, elektromagnetische Welle in einem Medium mit komplexen Brechungsindex N (Demtröder, 2006, S. 223; Meschede, 2008, S. 92):

$$\begin{aligned} \vec{E}_e &= \vec{E}_{0e} e^{i(\omega_e t - N \vec{k}_e \vec{r})} = \vec{E}_{0e} e^{i(\omega_e t - (n + i\kappa) \vec{k}_e \vec{r})} \\ &= \vec{E}_{0e} e^{i(\omega_e t - n \vec{k}_e \vec{r})} e^{-\kappa \vec{k}_e \vec{r}} \end{aligned} \quad (3.25)$$

Da die Intensität I proportional zum Quadrat der Amplitude ist (Demtröder, 2006, S. 223), folgt unter Verwendung der Gleichung (3.25)

$$\begin{aligned} I &= c \varepsilon_0 \left(E_{0e} e^{i(\omega_e t - n \vec{k}_e \vec{r})} e^{-\kappa \vec{k}_e \vec{r}} \right)^2 = c \varepsilon_0 \left(E_{0e} e^{i(\omega_e t - n \vec{k}_e \vec{r})} \right)^2 e^{-2\kappa \vec{k}_e \vec{r}} \\ &= I_0 e^{-2\kappa \vec{k}_e \vec{r}} \end{aligned} \quad (3.26)$$

mit der Lichtgeschwindigkeit c und der elektrischen Feldkonstante ε_0 . Unter der Annahme, dass die propagierende Welle senkrecht auf das Medium trifft, somit das Medium nur in y -Richtung (siehe Abbildung 4) durchdringt, erschließt sich aus Gleichung (3.26) und $k_0 = \frac{2\pi}{\lambda_0}$ direkt das Bouguer-Lambert-Beersche Absorptionsgesetz, benannt nach Johann Heinrich Lambert (1760; 1892), Pierre Bouguer (1729) und August Beer (1852):

$$I = I_0 e^{-\frac{4\pi\kappa}{\lambda_0}\Delta y} \quad (3.27)$$

Der Absorptionskoeffizient κ beschreibt, wie stark die propagierende Welle im Medium gedämpft wird. Da auch bei absorbierenden Medien die Energieerhaltung gilt, muss Gleichung (3.23) so modifiziert werden, dass die Absorption A berücksichtigt wird:

$$A + R + T = 1 \quad (3.28)$$

Die Energieerhaltung bedingt also, wie in Gleichung (3.28) zu sehen, dass die Summe aller relativen Intensitäten der einfallenden und der gebrochenen Teilwellen sowie der Intensitätsverlust durch die Absorption A konstant bleibt. Durch die Erweiterung des Modells um den komplexen Brechungsindex ändert sich auch das Reflexions- und Transmissionsvermögen. Die verwendeten Realteile können durch die komplexen Brechungsindizes N_1 und N_2 ersetzt werden, ohne dass die Fresnel-Koeffizienten neu hergeleitet werden müssen. Jedoch können durch die Einführung absorbierender Materialien auch neue Probleme entstehen. Durch die Reflexion am optisch dichteren Medium mit komplexem Brechungsindex kann es zu einem variablen Phasensprung kommen (Doi, Toyoda & Tanimura, 1997; Nisato et al., 2016, S. 131). Dies ist vor allem in interferometrischen Methoden problematisch, da hier aus der Phasendifferenz die Schichtdicke bestimmt wird. Die Absorption ist die Grundlage für die in dieser Arbeit vorgestellte Erweiterung der bereits bestehenden Methoden, da darüber sehr robust die Schichtdicke bestimmt werden kann. Das setzt allerdings voraus, dass der Imaginärteil des Brechungsindex $\mathcal{Im}(N) \gg 0$ ist.

3.1.2 Interferenz

Elektromagnetische Wellen besitzen die Eigenschaft, miteinander interferieren zu können. Interferenz beschreibt die Überlagerung zweier Wellen und die damit verbundene Addition der Amplituden. Die Interferenz ist ein in der Natur häufig vorkommendes Phänomen, etwa bei den Farbspielen in Seifenblasen (Jaszkowski & Rzeszut, 2003), Muscheln und Perlen (Ota, Higashi & Nakauchi, 2015; Toyota & Nakauchi, 2013) sowie Schmetterlingen (Ghiradella, Aneshansley, Eisner, Silberglied & Hinton, 1972; Ghiradella, 1974). Bei dünnen Beschichtungen auf Glas (Blodgett, 1939) und dünnen Ölfilmen auf Wasser (Blodgett, 1934) sind ebenfalls Interferenzeffekte für die Farbunterschiede ursächlich. Häufig wird die Interferenzfarbe dazu verwendet, auf grundlegende Eigenschaften, wie etwa die Schichtdicke der untersuchten Strukturen, Rückschlüsse zu ziehen (Birnie, 2004; Birnie, Haas & Hernandez, 2010; Dias, 1991, 1994; Hartl, Krupka, Poliscuk et al., 1997; Hartl, Krupka & Liska, 1997; Kitagawa, 2013, 2014; Parthasarathy et al., 1987; Toyota & Nakauchi, 2013).

Die Grundlage der Interferenz ist das Superpositionsprinzip. Sind die beiden Teilwellen eine unabhängige Lösung der Wellengleichung, so ist auch die überlagerte Welle eine Lösung dieser Differentialgleichung (Pedrotti, 2005, S. 260). Dies gilt sowohl für das elektrische, als auch das magnetische Feld der Welle. Detaillierte Beschreibungen der nachfolgenden Herleitung sind unter anderem in (Demtröder, 2006; Hering & Martin, 2017; Litfin, 2005; Meschede, 2008; Pedrotti, 2005) zu finden.

Da der Phasenunterschied der beiden Wellen eine signifikante Rolle spielt, sind die Wellengleichungen um den so genannten Phasenwinkel φ ergänzt. Eine weitere physikalische Randbedingung ist die Kohärenz der beiden Wellen. Interferenz ist nur dann möglich, wenn beide Wellen eine feste Phasenbeziehung besitzen.

$$\vec{E}_1 = \vec{E}_{01} e^{i(\omega t - \vec{k}\vec{r} + \varphi_1)}; \vec{E}_2 = \vec{E}_{02} e^{i(\omega t - \vec{k}\vec{r} + \varphi_2)} \quad (3.29)$$

Aus dem Superpositionsprinzip ergibt sich für die überlagerte Welle $\vec{E}_G = \vec{E}_1 + \vec{E}_2$

$$\vec{E}_G = (\vec{E}_{01} e^{i\varphi_1} + \vec{E}_{02} e^{i\varphi_2}) e^{i(\omega t - \vec{k}\vec{r})} = \vec{E}_{0G} e^{i(\omega t - \vec{k}\vec{r} + \varphi_0)} \quad (3.30)$$

wobei \vec{E}_{0G} die veränderte Amplitude und φ_0 den veränderten Nullphasenwinkel der überlagerten Welle darstellen. Die Welle, welche aus der Superposition entsteht, besitzt die gleiche Frequenz wie die beiden ursprünglichen Wellen. Die hier beschriebene Interferenz ist die so genannte Zweistrahlinterferenz, die anschließend auf die Interferenz an dünnen Schichten erweitert wird. Gleichung (3.30) gilt für zwei ebene Wellen im Vakuum. Da, wie bereits erwähnt, $I \propto |E|^2$, wird im Folgenden die Intensität I aus den Beiträgen der einzelnen Teilwellen berechnet. Der Betrag einer komplexen Zahl ist über die Multiplikation mit dem Komplexkonjugierten definiert, so kann die Gesamtintensität I_G aus Gleichung (3.30) berechnet werden:

$$I_G = (\vec{E}_{01} e^{i(\varphi_1)} + \vec{E}_{02} e^{i(\varphi_2)}) (\vec{E}_{01} e^{-i(\varphi_1)} + \vec{E}_{02} e^{-i(\varphi_2)}) \quad (3.31)$$

Mit Hilfe der Eulerschen Formeln (Euler, 1788; Königsberger, 2004, S. 117) ergibt sich für die Intensität der resultierenden Welle:

$$I_G = \vec{E}_{01}^2 + \vec{E}_{02}^2 + 2\vec{E}_{01}\vec{E}_{02} \cos(\varphi_2 - \varphi_1) \quad (3.32)$$

$$I_G = I_1 + I_2 + 2\sqrt{I_1 I_2} \cos \delta \quad \text{mit } \delta = \varphi_2 - \varphi_1 \quad (3.33)$$

Aus Gleichung (3.33) wird ersichtlich, dass die Intensität von einer direkten Überlagerung der beiden Teilintensitäten und einem phasendifferenzabhängigen Term δ abhängt. Werden zwei Wellen mit Abstand r am Punkt X im Medium mit Brechungsindex N betrachtet, so ergibt sich aus der Phasendifferenz δ der Gangunterschied der beiden Wellen (Pedrotti, 2005, S. 284). Dieser wird später benötigt, um aus der durch die Dünnschichtinterferenz hervorgerufenen Intensitätsänderung, zu sehen in Gleichung (3.33), die Schichtdicke zu berechnen.

$$\delta = kr = \frac{2\pi}{\lambda} r = \frac{2\pi}{\lambda_0} Nr \quad (3.34)$$

In Gleichung (3.34) beschreibt k den Wellen- und r den Ortsvektor, bzw. den Abstand zweier Wellen. Die Zweistrahlint interferenz bezieht sich vor allem auf Strahlen, die von unterschiedlichen Quellen in einem Punkt im Raum miteinander interferieren. Im Folgenden wird das Konzept der Reflexion und Interferenz zweier Strahlen an einer dünnen Grenzfläche beschrieben.

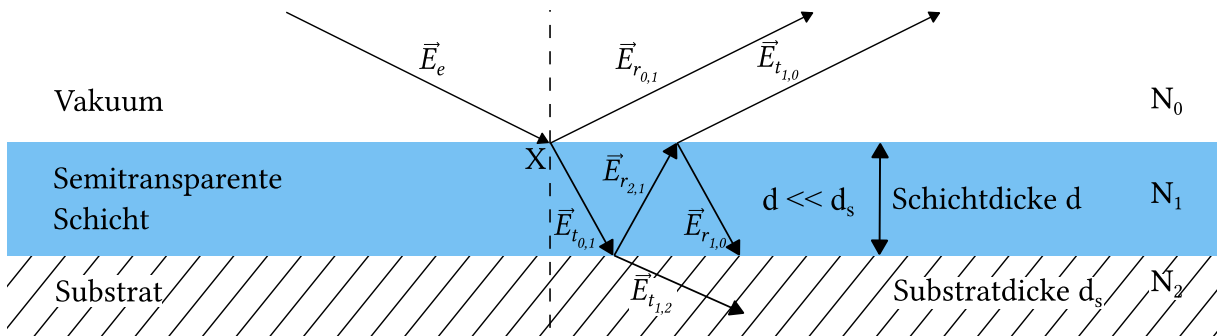


Abbildung 5: Reflexion an einer dünnen Schicht, die auf einem Substrat aufgebracht wurde. Angelehnt an (Pedrotti, 2005, S. 294). Die Strahlengänge sind zwecks besseren Verständnisses für nicht senkrechten Lichteinfall dargestellt. In der Schicht kommt es zu Mehrfachreflexionen an den einzelnen Grenzflächen. Interferenz entsteht durch den Gangunterschied der einzelnen Wellenpakete in der semitransparenten Schicht und der anschließenden Superposition bei deren Verlassen.

Betrachtet wird ein Schichtaufbau aus einem Substrat mit $N = N_2$, eine darauf aufgetragene Schicht mit $N = N_1$ und dem Brechungsindex im Vakuum mit $N = N_0$. Gemäß Abbildung 5 trifft eine Welle \vec{E}_e am Punkt X auf die Grenzfläche zwischen aufgetragener Schicht und Vakuum. Dort wird ein Teil der Welle transmittiert ($t_{0,1}$) und reflektiert ($r_{0,1}$). Gleiches geschieht an der Grenzfläche Substrat-Schicht ($t_{1,2}$, $r_{2,1}$). Die an der Substratgrenzfläche reflektierte Welle $r_{1,2}$ wird nun an der Grenzfläche Schicht-Vakuum wieder transmittiert ($t_{1,0}$) und reflektiert ($r_{1,0}$). Dies führt dazu, dass an der Grenzfläche zwischen Schicht und Vakuum eine unendlich häufig auftretende und immer schwächer werdende Reflexion stattfindet. Daraus folgt automatisch, dass nicht nur die Strahlen $r_{0,1}$ und $t_{1,0}$ miteinander interferieren, sondern auch alle reflektierten Strahlen der höheren Ordnungen $r_{l,l+1}$. Dies

wird als Vielstrahlinterferenz bezeichnet. Um die Beschreibung zu vereinfachen wird davon ausgegangen, dass ausschließlich senkrechter Lichteinfall stattfindet. Wird die Intensität in einiger Entfernung von Punkt X mittels Photodetektor betrachtet, so muss nach Gleichung (3.33) die detektierte Intensität von der Phasendifferenz und somit vom Gangunterschied abhängen. Der Gangunterschied zwischen den beiden reflektierten Teilwellen ergibt sich aus dem zurückgelegten Weg im Medium mit Brechungsindex N_1 . Zur Veranschaulichung wird hier die Interferenz zweier Lichtstrahlen betrachtet, obwohl in der Realität Vielstrahlinterferenz vorliegt. Diese wird in den Modellen der beiden folgenden Kapitel berücksichtigt.

$$\delta_1 = \frac{2\pi}{\lambda_0} N_1 d_1 \quad \Delta = 2N_1 d_1 + O_r \quad (3.35)$$

Gleichung (3.35) zeigt die Phasendifferenz δ und den Gangunterschied Δ der interferierenden Teilwellen. O_r ist hierbei ein zusätzlicher Gangunterschied, der durch den Phasensprung bei der Reflexion am optisch dünneren Medium entstehen kann. Es wird ersichtlich, dass das detektierte Signal direkt vom Brechungsindex, der Wellenlänge des Lichtstrahls und der Schichtdicke der zu untersuchenden Schicht abhängt. Unter der Voraussetzung, dass Wellenlänge und komplexer Brechungsindex bekannt sind, ergibt sich das Messprinzip dünner Schichten (Pedrotti, 2005, S. 297–300).

3.2 Optisches Modell

3.2.1 Reflexion an einem finiten, inkohärenten Substrat

Da im Rahmen dieser Arbeit sowohl über die Reflexion, als auch über die Transmission auf die Eigenschaften dünner Filme geschlossen wird, soll die Realität durch das optische Modell so genau wie möglich abgebildet werden. Gibt es keine Reflexion an der Rückseite des Substrates, ist es ausreichend, das optische Modell so zu verwenden, wie in Gleichung (3.21) bis (3.28) dargestellt. Da in dieser Arbeit auch transparente Substrate und Schichten sowohl in Reflexion als auch in Transmission untersucht werden sollen, ist es notwendig, für die Reflexion einen zusätzlichen Term einzufügen (Bornemann & Dörsam, 2013; Bornemann, 2014), der die inkohärente Reflexion an der Rückseite des Substrates berücksichtigt. Die Kohärenz eines an der Rückseite des Substrates reflektierten Lichtstrahls bezüglich aller weiteren reflektierten Teilwellen hängt von der Dicke des Substrats und der Kohärenzlänge der Beleuchtung ab. Da in dieser Arbeit unpolarisiertes, schmalbandiges Licht verschiedener LED-Lichtquellen verwendet wird, liegt die Kohärenzlänge meist bei einigen Mikrometern. Dies ist bedeutend kleiner als die Schichtdicke des Substrates mit mehreren $100 \mu m$. Für eine genaue Berechnung der Kohärenzlänge sei an dieser Stelle auf das Kapitel 4.3.1 verwiesen.

Um das optische Modell mit möglichst geringem Rechenaufwand umzusetzen, wird, wie schon bei Bornemann (2014), ein Matrixformalismus verwendet. In der Literatur gibt es hierzu mehrere Ansätze zur Beschreibung elektromagnetischer Wellen durch Matrizen: zum einen die Darstellung der optischen Eigenschaften dielektrischer Schichten als Matrix (Mielenz, 1960; Muchmore, 1948; Pedrotti, 2005, S. 553–559), welche die reflektierten und transmittierten elektrischen und magnetischen Teile der Welle miteinander verknüpft; zum anderen die Beschreibung der Ausbreitung eines E-Feld-Vektors durch einen Schichtstapel, bestehend aus verschiedenen Schichten (Harbecke, 1986; Ishiguro & Katô, 1953; Katsidis & Siapkis, 2002; Weinstein, 1947). Beides lässt sich analog ineinander überführen (Heavens, 1960).

Beide Matrix-Formalismen werden verwendet, um die Reflexions- und Transmissionseigenschaften des optischen Modells zu berechnen. Zunächst wird in diesem Kapitel die inkohärente Rückseitenreflexion gezeigt. Eine Herleitung für die Berechnung der Reflexions- und Transmissionskoeffizienten mehrerer Schichten geben Muchmore (1948) und Mielenz (1960). Die Herleitung inkohärenter Reflexion an Substratrückseiten über Betrachtung ein- und auslaufender E-Feld-Vektoren ist bei Harbecke (1986) beschrieben.

Reflexions- und Transmissionskoeffizienten lassen sich bei Kohärenz typischerweise aus den Verhältnissen der tangentialen und senkrechten Komponenten der E-Feld-Amplitudenvektoren, im Folgenden E-Feldvektoren genannt, bestimmen. Bei inkohärentem Licht ist das nicht mehr möglich. Die reflektierten Teilwellen zeigen keine feste Phasenbeziehung zueinander, somit lassen sich auch nicht die Überlagerungen der E-Feld-Vektoren bestimmen, es kommt zu keiner Interferenz. Deshalb wird bei Rückseitenreflexionen an dicken Schichten, die zur Inkohärenz führen, nur die Dämpfung durch das Substrat betrachtet. Die Reflexionen und die Interferenz an überliegenden Schichten bleiben dabei aber erhalten. Die folgende Herleitung ist angelehnt an Katsidis & Siapkis (2002).

Um den inkohärenten Anteil des Reflexionsvermögens des Gesamtschichtstapels zu berechnen, wird ein Schichtstapel wie in Abbildung 6 verwendet. Dieser besteht aus m verschiedenen Schichten mit $m + 1$ Grenzflächen. An jeder Grenzfläche kann der elektrische Feldvektor transmittiert und reflektiert werden. Die Transmission ist mit einem $+$, die Reflexion mit einem $-$ dargestellt. Die Feldvektoren linksseitig einer Schicht sind mit einem $*$ gekennzeichnet. Die Oberseite des Schichtstapels befindet sich nach Abbildung 6 auf der Grenzfläche 1.

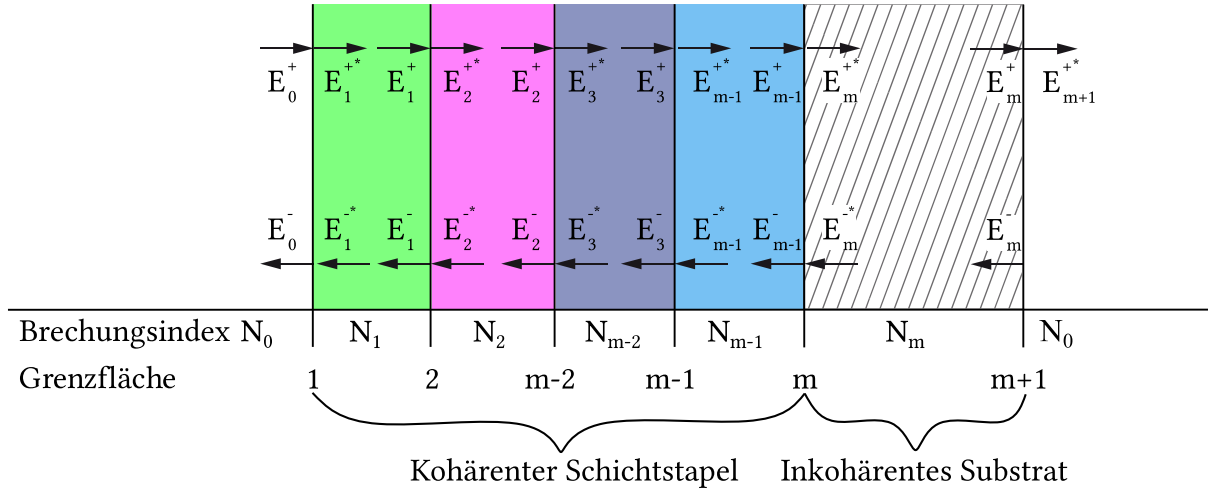


Abbildung 6: An Grenzflächen reflektierte und transmittierte elektrische Feldvektoren. Der Schichtstapel besteht aus mehreren kohärenten, dünnen Schichten und einem mehrere μm dicken, inkohärenten Substrat, angelehnt an (Harbecke, 1986; Katsidis & Siapkis, 2002).

Die E-Feldvektoren an einer Grenzfläche und die E-Feldvektoren innerhalb einer Schicht lassen sich über einen Matrixformalismus miteinander verknüpfen:

$$\begin{pmatrix} E_{m-1}^+ \\ E_{m-1}^- \end{pmatrix} = \frac{1}{\tau_{m-1,m}} \begin{pmatrix} 1 & \rho_{m-1,m} \\ \rho_{m-1,m} & 1 \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} E_m^+ \\ E_m^- \end{pmatrix} \quad (3.36)$$

$$\begin{pmatrix} E_{m-1}^+ \\ E_{m-1}^- \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} e^{-i\frac{2\pi}{\lambda}N_{m-1}d_{m-1}} & 0 \\ 0 & e^{i\frac{2\pi}{\lambda}N_{m-1}d_{m-1}} \end{pmatrix}}_{\mathbf{P}, \text{ Ausbreitungsmatrix}} \cdot \begin{pmatrix} E_{m-1}^+ \\ E_{m-1}^- \end{pmatrix} \quad (3.37)$$

Gleichung (3.36) beschreibt die Verknüpfung der E-Feldvektoren und deren Teilbeiträge aus vorangegangenen Reflexions- und Transmissionsvorgängen am Übergang einer der Grenzflächen, analog zu Abbildung 6. ρ und τ stellen die Fresnel-Koeffizienten der E-Feldvektoren an der jeweiligen Grenzfläche dar. Gleichung (3.37) beschreibt die Ausbreitung der Wellen innerhalb einer Schicht m , die zwischen zwei Grenzflächen $m, m+1$ liegt und den komplexen Brechungsindex N_m besitzt. Die Matrixeinträge stehen dabei für die Dämpfung der Amplitude in einem Medium mit komplexem Brechungsindex N_m und der Schichtdicke d_m . Mit den Gleichungen (3.36) und (3.37) können somit die E-Feldvektoren und deren Amplituden nach Durchlaufen einer Schicht unter der Bedingung, dass die Kohärenz gegeben ist, berechnet werden.

Da jede Schicht als Produkt der oben gezeigten Matrizen modelliert werden kann, ist es möglich, den Schichtstapel als Gesamtprodukt der einzelnen Schichten zu beschreiben. Diese

Gesamttransfermatrix \mathbf{T} verknüpft die E-Feldvektoren an den beiden äußersten Grenzflächen wie nachfolgend dargestellt. Zur Veranschaulichung sei auf Abbildung 6 verwiesen.

$$\begin{pmatrix} E_0^+ \\ E_0^- \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} E_{m+1}^+ \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.38)$$

Um die Matrixelemente als Funktion der Transmission- $t_{1,m+1}$ und Reflexionskoeffizienten $r_{1,m+1}$ des gesamten Schichtstapels zu berechnen, werden folgende Definitionen verwendet:

$$\frac{E_0^-}{E_0^+} = r_{1,m+1} \quad \frac{E_{m+1}^+}{E_0^+} = t_{1,m+1} \quad (3.39)$$

Mit Hilfe der eingeführten Definitionen lassen sich prinzipiell die Matrixelemente $T_{i,j}$ mit $i, j \in \{1,2\}$ ermitteln. Allerdings sind noch zwei weitere Randbedingungen notwendig, um alle vier Matrixelemente berechnen zu können. Hierbei wird vom Stoke'schen Satz Gebrauch gemacht. Dieser besagt, dass das Strahlenbündel auch immer den umgekehrten Weg nehmen kann (Mahan, 1943). Das bedeutet, dass für Licht, welches zuerst auf die Grenzfläche $m+1$ fällt, die gleiche Transfermatrix verwendet werden kann wie für ein Lichtbündel, das zuerst auf die Grenzfläche 1 trifft. Allerdings tauschen Transmissions- und Reflexionskoeffizienten die Seiten und somit auch die Indizes. Dies ist nachvollziehbar, da das Lichtbündel von der Unterseite her den Schichtstapel durchläuft. Somit gelten unter Verwendung der Gleichungen (3.39) und des Stoke'schen Satzes nachfolgende Zusammenhänge. Wichtig ist an dieser Stelle, dass $t_{1,m+1} \neq t_{m+1,1}$ gilt. Gleiches trifft auch für den Reflexionskoeffizienten zu.

$$\begin{pmatrix} 1 \\ r_{1,m+1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} t_{1,m+1} \\ 0 \end{pmatrix} \quad (3.40)$$

$$\begin{pmatrix} 0 \\ t_{m+1,1} \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} \cdot \begin{pmatrix} r_{m+1,1} \\ 1 \end{pmatrix}$$

Unter Verwendung des sich aus Gleichung (3.40) ergebenden Gleichungssystems können die einzelnen Teileinträge $T_{i,j}$ berechnet werden, da vier Gleichungen bei vier gesuchten Matrixeinträgen ein vollständiges gelöstes Gleichungssystem ergeben. Es folgen die Transfermatrixeinträge als Funktion der Transmissions- und Reflexionskoeffizienten:

$$\mathbf{T} = \begin{pmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{pmatrix} = \frac{1}{t_{1,m+1}} \begin{pmatrix} 1 & -r_{m+1,1} \\ r_{1,m+1} & t_{1,m+1}t_{m+1,1} - r_{1,m+1}r_{m+1,1} \end{pmatrix} \quad (3.41)$$

Die Transfermatrix besitzt Allgemeingültigkeit sowohl für die Berechnung bei einzelnen Grenzflächen, als auch bei ganzen Stapeln.

Bis dato wurde für die Berechnung der Transfermatrix \mathbf{T} und deren Einträge $T_{i,j}$ Kohärenz der E-Feldvektoren vorausgesetzt. Die Phasenbeziehungen der Teilwellen sind bekannt. Bei Durchlaufen endlich dicker Substrate, wie etwa Glas, kann diese Kohärenz verloren gehen. Ziel ist es, ein solches inkohärentes Substrat mittels Matrixformalismus beschreiben zu können. Zu diesem Zweck wird der in den Gleichungen (3.36) bis (3.41) gezeigte Formalismus für kohärente Schichtstapel auf inkohärentem Substrat modifiziert.

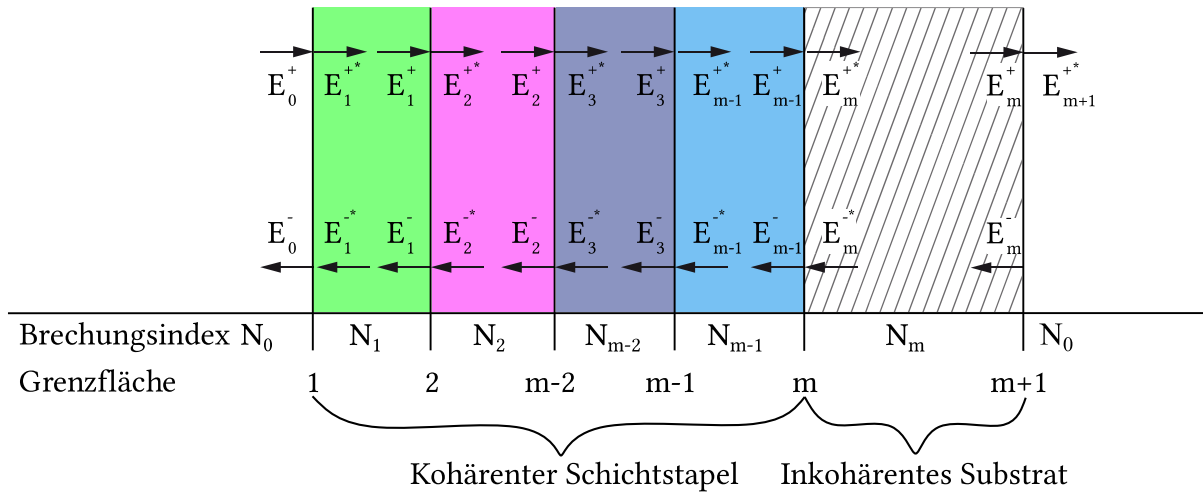


Abbildung 7: Schichtstapel nach Abbildung 6. Der Schichtstapel wird aufgeteilt nach kohärenten und inkohärenten Schichten. Der im vorherigen Abschnitt beschriebene Formalismus gilt für die Grenzflächen 1 – m, die folgende Herleitung für das inkohärente Substrat mit den Grenzflächen m, m + 1.

Dazu wird der Schichtstapel, wie er in Abbildung 7 zu sehen ist, in drei Teilabschnitte zerlegt. Die Teilabschnitte werden durch die Grenzflächen 1 – m, den kohärenten Teil des Schichtstapels, die Grenzflächen m, m + 1, das inkohärente Substrat und die Grenzfläche m + 1, die Rückseite des Substrates, beschrieben. Durch die Einführung der inkohärenten Rückseitenreflexionen am Substrat und der Absorption - mittels Verwendung komplexer Brechungsindizes - ist es nicht mehr möglich, die E-Felder und deren Amplituden zu betrachten, da die Information der Phasenlage zwischen zwei E-Feldvektoren verloren geht. Daher und auf Grund der Tatsache, dass Photodioden nur Intensitäten detektieren können, wird die Intensität der Gesamttransfermatrix \mathbf{T} betrachtet. Da bis jetzt alle Größen in der Berechnung der Transfermatrix komplex sind und die Intensität $I \propto |E|^2$, können die Matrixeinträge nach Harbecke (1986) und Katsidis und Siapkas (2002) mit ihrem Komplexkonjugierten multipliziert werden. Daraus ergibt sich für die Gesamttransfermatrix der Intensität $\mathbf{T}_{1,m+1}^{Intensität}$ folgender Zusammenhang, basierend auf der Zerlegung in drei Teilmatrizen $\mathbf{T}_{1,m}^{koh.}$, $\mathbf{P}_{m,m+1}^{inkoh.}$, $\mathbf{T}_{m,m+1}^{inkoh.}$:

$$\mathbf{T}_{1,m+1}^{Intensität} = \begin{pmatrix} T_{11}^{Intensität} & T_{12}^{Intensität} \\ T_{21}^{Intensität} & T_{22}^{Intensität} \end{pmatrix} \quad (3.42)$$

$$\mathbf{T}_{1,m+1}^{Intensität} = \mathbf{T}_{1,m}^{koh.} \cdot \mathbf{P}_{m,m+1}^{inkoh.} \cdot \mathbf{T}_{m,m+1}^{inkoh.}$$

$$\begin{aligned} \mathbf{T}_{1,m}^{koh.} &= \frac{1}{t_{1,m} t_{1,m}^*} \cdot \begin{pmatrix} 1 & -r_{m,1} r_{m,1}^* \\ -r_{1,m} r_{1,m}^* & t_{1,m} t_{m,1} t_{1,m}^* t_{m,1}^* - r_{1,m} r_{m,1} r_{1,m}^* r_{m,1}^* \end{pmatrix} \\ \mathbf{P}_{m,m+1}^{inkoh.} &= \begin{pmatrix} e^{-i\frac{2\pi}{\lambda} N_m d_m} (e^{-i\frac{2\pi}{\lambda} N_m d_m})^* & 0 \\ 0 & e^{i\frac{2\pi}{\lambda} N_m d_m} (e^{i\frac{2\pi}{\lambda} N_m d_m})^* \end{pmatrix} \\ \mathbf{T}_{m,m+1}^{inkoh.} &= \frac{1}{t_{m,m+1} t_{m,m+1}^*} \cdot \begin{pmatrix} 1 & -r_{m+1,m} r_{m+1,m}^* \\ -r_{m,m+1} r_{m,m+1}^* & d \end{pmatrix} \\ d &= t_{m,m+1} t_{m+1,m} t_{m,m+1}^* t_{m+1,m}^* - r_{m,m+1} r_{m+1,m} r_{m,m+1}^* r_{m+1,m}^* \end{aligned} \quad (3.43)$$

Um das Reflexionsvermögen des Gesamtstapels zu berechnen, wird die aus dem Gleichungssystem (3.40) bekannte Verknüpfung $r = \frac{T_{21}}{T_{11}}$ verwendet. Angewendet auf die aus der Matrixmultiplikation in Gleichung (3.42) entstehende Matrix folgt das Reflexionsvermögen des gesamten Schichtstapels bzw. der Matrix $\mathbf{T}_{1,m+1}^{Intensität}$, die aus dem Produkt der einzelnen Teilmatrizen $\mathbf{T}_{1,m}^{koh.}$, $\mathbf{P}_{m,m+1}^{inkoh.}$, $\mathbf{T}_{m,m+1}^{inkoh.}$ besteht:

$$\begin{aligned} R_{gesamt} &= \frac{T_{21}^{Intensität}}{T_{11}^{Intensität}} \\ R_{gesamt} &= r_{1,m} r_{1,m}^* + \frac{t_{1,m} t_{m,1} t_{1,m}^* t_{m,1}^* r_{m,m+1} r_{m,m+1}^* \cdot e^{-\frac{4\pi}{\lambda} k_m d_m}}{1 - r_{m,1} r_{m,1}^* r_{m,m+1} r_{m,m+1}^* \cdot e^{-\frac{4\pi}{\lambda} k_m d_m}} \\ R_{gesamt} &= R_{koh.} + R_{inkoh.} \end{aligned} \quad (3.44)$$

Die Gleichungen (3.44) beschreiben die Gesamtreflexion des Schichtstapels, die sich aus der Reflexion am kohärenten Schichtstapel $R_{koh.}$ und des inkohärenten Substrates $R_{inkoh.}$ zusammensetzt (Mitsas & Siapkas, 1995; Yang & Abelson, 1995). Der zweite Term steht dabei für die multiplen internen Reflexionen im Substrat, inklusive Dämpfung der Amplituden durch Absorption (Katsidis & Siapkas, 2002). Die Berechnung des korrigierten Transmissionsvermögens ergibt sich analog zu $T_{gesamt} = \frac{1}{T_{11}^{Intensität}}$.

3.2.2 Interferenz an Mehrschichtstapeln - Transfermatrixformalismus

Im vorherigen Kapitel wurden die beiden Komponenten $R_{koh.}$ und $R_{inkoh.}$ als Funktion der Reflexions- und Transmissionskoeffizienten r und t hergeleitet. In diesem Kapitel soll die Berechnung der Reflexions- und Transmissionskoeffizienten auf Basis der Schichtdicken d_1, \dots, d_m und Brechungsindizes N_1, \dots, N_m des Schichtstapels gezeigt werden. Das bildet die Grundlage der Schichtdickenberechnung nach Bornemann (2013) und der hier vorgestellten Erweiterung für mehrkanalige Messungen in Reflexion und Transmission. Die folgenden Betrachtungen sind hauptsächlich angelehnt an die Veröffentlichungen von Heavens (1960) und Pedrotti (2005, S. 553–560). Wie bereits erwähnt lässt sich die in Kapitel 3.2 vorgestellte Matrixschreibweise dazu verwenden, die elektrischen und magnetischen Feldvektoren an einer Grenzfläche miteinander zu verknüpfen. Um die Herleitung kompakt zu halten, werden wieder identische Annahmen zu Kapitel 3.1.1 und 3.2 getroffen. Die hier betrachteten elektromagnetischen Wellen fallen senkrecht auf die Grenzfläche, somit ist die Polarisierung in der Betrachtung irrelevant und vereinfacht den Formalismus. Dass diese Annahme durchaus berechtigt ist, wird in Kapitel 4.2.7 deutlich. Die zweite Annahme bezieht sich auf die Schwingungsrichtung des elektrischen und magnetischen Feldes. Diese wird als transversal elektromagnetische Welle beschrieben. Mit der Stetigkeitsbedingung für das elektrische und magnetische Feld aus Kapitel 3.1.1 ergibt sich der Ausgangspunkt für die Herleitung nach Abbildung 6. Die komplexen elektrischen Feldvektoren an den innen und außen liegenden Seiten der Grenzfläche sind definiert als:

$$E_0 = E_0^+ + E_0^- = E_1^* = E_1^{+*} + E_1^{-*} \quad (3.45)$$

Gleichung (3.45) stellt dabei die Amplituden an der Grenzfläche 1 zwischen Vakuum/Luft und der ersten Schicht (Berning, 1956) dar.

$$E_1 = E_1^+ + E_1^- = E_2^* = E_2^{+*} + E_2^{-*} \quad (3.46)$$

Gleichung (3.46) beschreibt die Amplituden des E-Feldes an der Grenzfläche 2 zwischen der ersten Schicht und der zweiten Schicht bzw. einem möglichen Substrat. Nach Heavens (1960) und Pedrotti (2005, S. 553–560) folgt unter der Voraussetzung einer transversal elektrischen Welle, dass das Magnetfeld, wie in Gleichung (3.47) zu sehen, mit den elektrischen Feldvektoren verknüpft ist. ξ ist ein Parameter, der unter Berücksichtigung des Einfallswinkels, der Lichtgeschwindigkeit im Medium und des Brechungsindex die magnetischen mit den elektrischen Feldvektoren verbindet.

$$B_m = \xi(E_m^+ - E_m^-) \quad (3.47)$$

Bei senkrechtem Lichteinfall gilt $\xi = N_m$, das dem komplexen Brechungsindex entspricht. Die Polarisation kann, wie bereits erwähnt, aufgrund des senkrechten Lichteinfalls vernachlässigt werden. Wie in Gleichung (3.37) in Kapitel 3.2 gezeigt, unterscheiden sich die elektrischen Feldvektoren an den Grenzflächen durch eine Phasenverschiebung $\delta_m = \frac{2\pi}{\lambda} N_m d_m$, die sowohl von der Schichtdicke d_m , als auch vom komplexen Brechungsindex N_m abhängt (Meschede, 2008, S. 211). Erfolgt die Reflexion an einem optisch dichteren Medium, kommt es zusätzlich zu einem Phasensprung von $\varphi = 180^\circ$. Der komplexe Brechungsindex N_m beinhaltet dabei die Dämpfung der Amplitude durch Absorption in der zu betrachtenden Schicht. Mit Hilfe der Phasenverschiebung lassen sich die elektrischen Feldvektoren wie folgt miteinander verknüpfen:

$$E_1^+ = E_1^{+*} e^{-i\delta_1} \quad E_1^{-*} = E_1^- e^{-i\delta_1} \quad (3.48)$$

Mit den Beziehungen aus Gleichung (3.49) lassen sich die elektromagnetischen Feldvektoren E_1 & B_1 als Funktion der elektrischen Feldvektoren E_1^{+*} & E_1^{-*} darstellen:

$$E_1 = E_1^{+*} e^{-i\delta_1} + E_1^{-*} e^{i\delta_1} \quad B_1 = n_1 (E_1^{+*} e^{-i\delta_1} - E_1^{-*} e^{i\delta_1}) \quad (3.49)$$

Um die Transfermatrix zu erhalten, müssen allerdings nicht die einzelnen Feldamplituden betrachtet werden, sondern die Summe aller Feldamplituden an den Innenseiten der zu untersuchenden Schicht. Im Schema in Abbildung 6 werden die innenliegenden Seiten der Grenzflächen 1 und 2 der Schicht 1 veranschaulicht. Durch Umformen und Gleichsetzen der Gleichungen (3.50) lassen sich die einzelnen elektrischen Feldvektoren als Funktion der gesamten elektromagnetischen Feldvektoren darstellen:

$$E_1^{+*} = \frac{1}{2} \left(E_1 + \frac{B_1}{N_1} \right) e^{i\delta_1} \quad E_1^{-*} = \frac{1}{2} \left(E_1 - \frac{B_1}{N_1} \right) e^{-i\delta_1} \quad (3.50)$$

Mit Gleichung (3.51) und (3.46) folgt für die Summe der elektrischen Feldvektoren an der Innenseite der Grenzfläche 1:

$$\begin{aligned} E_1^* &= E_1^{+*} + E_1^{-*} = \frac{1}{2} \left(E_1 + \frac{B_1}{N_1} \right) e^{i\delta_1} + \frac{1}{2} \left(E_1 - \frac{B_1}{N_1} \right) e^{-i\delta_1} \\ &= E_1 \underbrace{\frac{e^{i\delta_1} + e^{-i\delta_1}}{2}}_{\cos(\delta_1)} + i \frac{B_1}{N_1} \underbrace{\frac{e^{i\delta_1} - e^{-i\delta_1}}{2i}}_{\sin(\delta_1)} \end{aligned} \quad (3.51)$$

Analog dazu lässt sich die Magnetfeldkomponente B_1^* als Funktion der elektromagnetischen Feldkomponenten der gegenüberliegenden Grenzflächeninnenseite berechnen. Um die mathematische Verknüpfung möglichst einfach zu gestalten, wird ein Matrixformalismus verwendet:

$$\begin{pmatrix} E_m^* \\ B_m^* \end{pmatrix} = \underbrace{\begin{pmatrix} \cos(\delta_m) & \frac{i}{N_m} \sin(\delta_m) \\ iN_m \sin(\delta_m) & \cos(\delta_m) \end{pmatrix}}_{\text{Transfermatrix } T} \begin{pmatrix} E_m \\ B_m \end{pmatrix} \quad (3.52)$$

Gleichung (3.53) beschreibt die Verknüpfung der elektromagnetischen komplexen Feldvektoren an den Innenseiten einer Schicht m . Der Vorteil dieser Darstellungsweise liegt in der einfachen Beschreibung einer Schicht und deren optischen Eigenschaften unter Verwendung eines einzigen Brechungsindex. Mehrschichtstapel lassen sich über eine einfache Multiplikation der einzelnen Schichten realisieren (Muchmore, 1948; Pedrotti, 2005, S. 553–560):

$$T_G = T_1 \cdot T_2 \cdot \dots \cdot T_m = \prod_{i=1}^m T_i \quad (3.53)$$

Die Gesamttransfermatrix T_G gilt für einen Schichtstapel aus dünnen, nicht streuenden Schichten, die Kohärenz gewährleisten. Aus der Gesamttransfermatrix und deren Einträgen T_{Gij} lassen sich die komplexen Reflexions- und Transmissionskoeffizienten bestimmen. Analog zu Gleichung (3.39) sind die Koeffizienten über das Verhältnis der einfallenden, reflektierten und transmittierten Wellen definiert.

$$\begin{aligned} r &= \frac{E_0^-}{E_0^+} = \frac{N_0 T_{11} + N_0 N_m T_{12} - T_{21} - N_m T_{22}}{N_0 T_{11} + N_0 N_m T_{12} + T_{21} + N_m T_{22}} \\ t &= \frac{E_{m+1}^-}{E_0^+} = \frac{2N_0}{N_0 T_{11} + N_0 N_m T_{12} + T_{21} + N_m T_{22}} \end{aligned} \quad (3.54)$$

Um aus den komplexen Reflexions- (r) und Transmissionskoeffizienten (t) das Reflexions- (R) und Transmissionsvermögen (T) berechnen zu können, wird der zeitlich gemittelte Poynting-Vektor betrachtet. Aus diesem folgt, dass $R \sim |r|^2$ und $T \sim |t|^2$ ist. Für eine genaue Herleitung sei an dieser Stelle auf die Veröffentlichung von Chilwell und Hodgkinson (1984) sowie auf das Werk von Macleod (2010, S. 48–61) verwiesen. Ein kurzer Überblick ist bei Nowy (2010, S. 46–48) gegeben.

$$R = |r^2|$$

$$T = \frac{\mathcal{R}e(N_m)}{\mathcal{R}e(N_0)} |t^2| \quad (3.55)$$

Die Gleichung (3.55) ist essentiell bei der Umsetzung des theoretischen optischen Modells. Mit Hilfe des Reflexions- und Transmissionsvermögens ist es möglich, auf Basis vorher bestimmter materialspezifischer Parameter die Anteile an reflektierter und transmittierter Strahlung eines Schichtstapels zu berechnen.

Die Anwendung des Transfermatrixformalismus ist aufgrund der Einfachheit weit verbreitet. Die Stärke des theoretischen Modells liegt nicht nur in der besseren Handhabung bei Implementierung in Softwareapplikationen, sondern auch in der Möglichkeit, Polarisationsseffekte wegen des senkrechten Lichteinfalls vernachlässigen zu können.

3.2.3 Optisches Modell und Kontrastwertmethode nach Bornemann

Das folgende Modell wurde von Bornemann (2013) veröffentlicht und modelliert das Signal eines Detektors $A_{i,j}^{x,y}$ als Funktion der Wellenlänge λ einer Beleuchtung $L(\lambda)$. Das Lichtbündel wird dabei an allen Grenzflächen R_{gesamt} reflektiert und das Signal nach Durchlaufen des optischen Aufbaus $O(\lambda)$ mittels Photodiodenarray mit spektraler Empfindlichkeit $SR_j(\lambda)$ detektiert.

Jedem der einzelnen Einflussfaktoren des optischen Modells wird eine zusätzliche räumliche Komponente x, y hinzugefügt. Sie beinhaltet die räumliche Variation des optischen Signals in der Detektorebene, auf die das Bild projiziert wird. Die räumliche Variation tritt vor allem bei den Komponenten $O(\lambda) \rightarrow O^{x,y}(\lambda)$ und $L_i(\lambda) \rightarrow L_i^{x,y}(\lambda)$ auf. Sie stammen zum einen von Effekten der abbildenden Optik, wie etwa Vignettierung, oder von Inhomogenitäten in der flächigen Beleuchtung. Da solche Effekte das Reflexionssignal der eigentlichen Probe verändern, wurde durch das Konzept der Kontrastwerte eine Lösung für solche räumlich auftretenden Effekte gefunden. Entscheidend für die Messung ist allerdings die räumliche Variation der Schichtdicke d_m an der Stelle x, y der Probe, die gemessen werden soll.

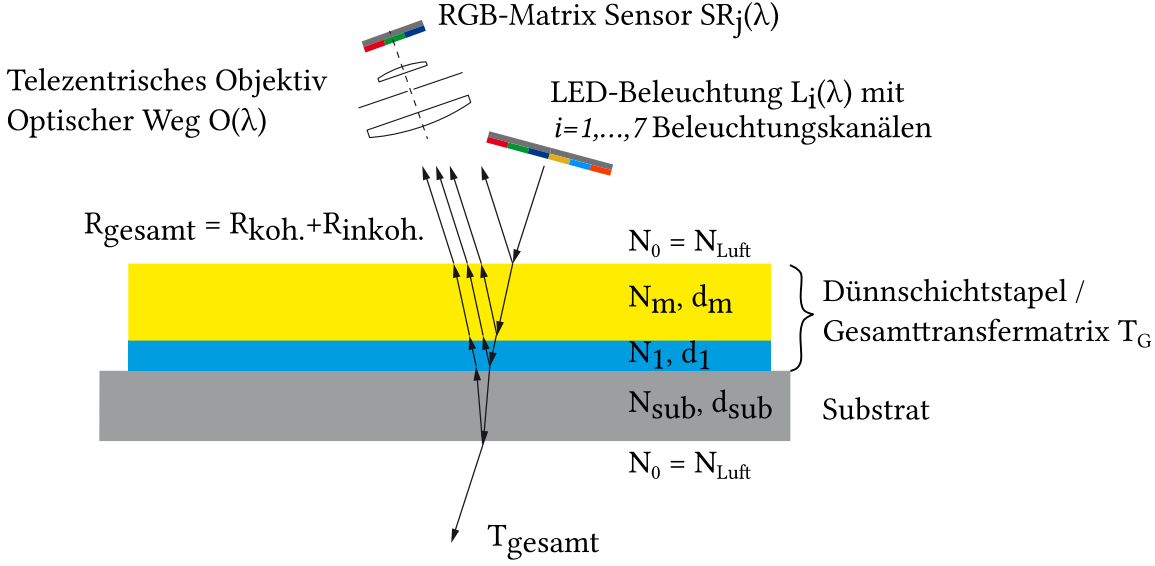


Abbildung 8: Messprinzip auf Basis der *Imaging Color Reflectometry* nach Bornemann (2013). Ein von einer Lichtquelle mit $i = 1, \dots, 7$ verschiedenen Beleuchtungsfarbkanälen ausgehendes Lichtbündel mit Spektrum $L_i(\lambda)$ wird an den Grenzflächen des Schichtaufbaus reflektiert $R(\lambda)$ und das Signal nach Durchlaufen des optischen Weges $O(\lambda)$ mittels eines Photodiodenarrays mit der spektralen Empfindlichkeit $SR_j(\lambda)$ detektiert. Der optische Weg wird maßgeblich durch das im Multikanalaufbau verwendete telezentrische Objektiv beeinflusst.

Abbildung 8 zeigt einen Dünnschichtstapel, bestehend aus $l = 1, \dots, m$ Schichten mit der Gesamttransferrmatrix T_G auf einem Substrat und dem Konzept des Messsystems. In der Variante von Bornemann (2013) ist das System mit $j = 3$ Detektorfarbkanälen und $i = 1$ Beleuchtungskanal umgesetzt worden. Die Herleitung des Formalismus erfolgt für ein solches System, wird aber in dieser Arbeit im weiteren Verlauf mehrkanalig und für Transmissionsmessungen erweitert. Das Signal einer einzigen Photodiode am Ort x, y in der Detektorebene setzt sich aus einer Faltung der einzelnen Teilbeiträge des optischen Systems zusammen. Da die Detektorantwort $A_{i,j}^{x,y}$ die Intensität über das gesamte sichtbare Wellenlängenspektrum $\lambda_{min} - \lambda_{max}$ darstellt, folgt daraus:

$$A_{i,j}^{x,y} = \int_{\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} L_i^{x,y}(\lambda) R_{Total}(\lambda, N_l, d_l^{x,y}) O^{x,y}(\lambda) SR_j(\lambda) d\lambda \quad (3.56)$$

Dies ist ein gängiges Modell für die Antwort eines Detektors (Gerling & Cheung, 2011; Park, Lee, Grossberg & Nayar, 2007). Es wird durch Gleichung (3.56) deutlich, dass das detektierte Signal vom Reflexionsvermögen der Probe, der Beleuchtung und der spektralen

Empfindlichkeit des Sensors abhängt. Problematisch ist allerdings die Ortsabhängigkeit⁴ der Beleuchtungsintensität und des optischen Pfades. Da die Änderung der Intensität durch $L_i(\lambda)$ und $O(\lambda)$ ortsabhängig, aber zeitlich konstant und somit für jede Messung gleich ist, kann folgende Konstante $C_i^{x,y}$ definiert werden:

$$L_i^{x,y}(\lambda) \cdot O^{x,y}(\lambda) = C_i^{x,y} \cdot L_i(\lambda) \quad (3.57)$$

Es wird dabei in Gleichung (3.57) angenommen, dass der optische Pfad lediglich eine Modulation der räumlichen Intensität darstellt und somit konstant ist. Wird der Zusammenhang in Gleichung (3.57) und in Gleichung (3.56) berücksichtigt, so ergibt sich:

$$A_{i,j}^{x,y} = C_{i,j}^{x,y} \int_{\lambda_{min}}^{\lambda_{max}} L_i(\lambda) R_{Total}(\lambda, N_l, d_l^{x,y}) SR_j(\lambda) d\lambda \quad (3.58)$$

$$A_{i,j}^{x,y} = C_i^{x,y} a_{i,j}^{x,y}$$

Es wird deutlich, dass sich die Konstante $C_i^{x,y}$ nicht vom restlichen Signal $A_{i,j}^{x,y}$ des Photodetektors trennen lässt. Aus diesem Grund wird die so genannte Kontrastwertmethode eingeführt.

Wird das System aus Abbildung 8 betrachtet, so besteht dieses aus $l = 2, \dots, m$ Schichten und einem Substrat, $l = 1$ sowie $l = 1, \dots, m$ bekannten Brechungsindizes. Soll die oberste Schicht m gemessen werden, müssen alle weiteren Schichtdicken der Schichten $1, \dots, m - 1$ definiert sein. Um die Schichtdicke nach dem Schichtauftrag bestimmen zu können, wird vor dem Auftrag eine Referenzaufnahme des Substrates mit den $l = 2, \dots, m - 1$ Schichten, im weiteren Verlauf Referenz genannt, durchgeführt. Es wird davon ausgegangen, dass das Substrat reproduzierbar mit vernachlässigbarem Positionsfehler ausgerichtet werden kann.⁵ Daher kann ein so genannter Kontrast K zwischen der eigentlichen Probe und der Referenz definiert werden. Das hat den Vorteil, dass keine absoluten Größen mehr bestimmt werden müssen, unabhängig der Systemkomponenten.

$$K_{i,j}^{x,y \text{ exp}} = \frac{C_{i,j}^{x,y} a_{i,j}^{x,y} - C_{i,j,ref}^{x,y} a_{i,j,ref}^{x,y}}{C_{i,j}^{x,y} a_{i,j}^{x,y} + C_{i,j,ref}^{x,y} a_{i,j,ref}^{x,y}} \quad \overset{C_{i,j}^{x,y} = C_{i,j,ref}^{x,y}}{=} \frac{a_{i,j}^{x,y} - a_{i,j,ref}^{x,y}}{a_{i,j}^{x,y} + a_{i,j,ref}^{x,y}} \quad (3.59)$$

⁴ Die spektrale Empfindlichkeit ist eigentlich auch eine ortsabhängige Größe. Dies konnte aber nicht weiter im Rahmen dieser Arbeit untersucht werden, da das Equipment nicht den Anforderungen des EMVA 1288 Standards entsprach. Auch der Brechungsindex ist bei den verwendeten Materialien nicht zwangsweise konstant.

⁵ Dass dies ein Irrtum ist, wird sich in Kapitel 5 zeigen.

Der Kontrastwert $K_{i,j}^{x,y,exp}$ an der Position x,y , des Kamerafarbkanals j , bei Beleuchtungsspektrum i , ermöglicht es, ohne weiteres Flatfielding oder eine Nachbearbeitung der Messung direkt aus den Originaldaten die experimentellen Kontrastwerte zu generieren. Dies ist eine der Kernstärken dieser und der im nächsten Kapitel vorgestellten Methoden, aber auch eine große Herausforderung hinsichtlich reproduzierbarer Positionierung.

Im Folgenden werden die experimentellen Kontrastwerte der Probe und deren zugehöriger Referenz mit den theoretisch berechneten Kontrastwerten $K_{i,j}^{theo}(d_{m,q})$ dazu verwendet, über eine Minimierung der euklidischen Distanz die Schichtdicke am Ort x,y zu bestimmen. Dazu werden für eine Anzahl an q unterschiedlichen Schichtdicken der obersten Schicht m des Schichtstapels die theoretischen Kontrastwerte nach den Gleichungen (3.58) und (3.59) berechnet. Als Referenz dient dabei der vollständig bestimmte unterliegende Schichtstapel mit den Schichten $1, \dots, m-1$. Daraus entsteht eine Liste mit einer Anzahl an q unterschiedlichen Einträgen, die von der Schichtdicke d abhängen. Es existieren somit auf der einen Seite die aus den Bilddaten gewonnenen experimentellen Kontrastwerte und andererseits die für die oberste Schicht m berechneten $1, \dots, q$ theoretischen Kontrastwerte. Um eine Zuordnung durchführen zu können, wird kamera- und beleuchtungsfarbkanalabhängig die Distanz zwischen dem gemessenen und den berechneten Werten minimiert. Dazu wird im Folgenden eine Tensorschreibweise verwendet, um das Konzept der Distanzminimierung besser veranschaulichen zu können. Die nachfolgende Beschreibung erweitert die von Bornemann (2013) eingeführte Modellierung von einem auf sieben Beleuchtungsfarbkanäle, die Anzahl der kameraseitigen Filter bleibt bei $j = 3$. Um die Betrachtungen einfacher zu gestalten, wird der experimentelle Kontrastwert zunächst nur für einen Pixel an der Stelle x,y angegeben. Die Minimierung aller weiteren Pixel erfolgt analog.

$$\underbrace{\mathbf{K}_{i,j}^{exp}}_{\substack{j \in \{R,G,B\} \\ i \in \{1,\dots,7\}}} \& \underbrace{\mathbf{K}_{i,j}^{theo}(d_{m,q})}_{\substack{j \in \{R,G,B\} \\ i \in \{1,\dots,7\} \\ q \in \{1,\dots,r\}}} \quad (3.60)$$

Der Tensor $\mathbf{K}_{i,j}^{exp}$ beschreibt die experimentellen Kontrastwerte an Pixelposition x,y bei Beleuchtung mit Spektrum i und Detektion im Kamerafarbkanal R, G, B . $\mathbf{K}_{i,j}^{theo}(d_{m,q})$ enthält die theoretischen Kontrastwerte im Beleuchtungskanal j bei Detektion im Kamerafarbkanal R, G, B für die Schichtdicken $1, \dots, r$. Die Minimierung erfolgt über die Berechnung der euklidischen Distanz δ zwischen den Einträgen im Tensor $\mathbf{K}_{i,j}^{exp}$ und den Kontrastwerten als Funktion der Schichtdicke.

$$\delta(d_{m,q}) = \sqrt{\| \mathbf{K}_{i,j}^{theo}(d_{m,q}) - \mathbf{K}_{i,j}^{exp} \|} \quad (3.61)$$

Das Resultat ist ein Tensor $\delta(d_{m,q})$, der die euklidische Distanz als Funktion der Schichtdicken enthält. Die Schichtdicke wird über das Minimum der Tensoreinträge bestimmt. Diese Vorgehensweise kann auf die Gesamtheit der Pixel in den Bilddaten angewendet werden, so dass eine vollständige Topographie der Schicht berechnet wird.

$$\min(\delta(d_{m,q})) = \delta(d_{m,berechnet}) \quad (3.62)$$

Wie aus dem hergeleiteten Modell ersichtlich, hängt die Minimierung der euklidischen Distanz davon ab, welche Kamera- und Beleuchtungsfarbkanäle bei der Berechnung mit einbezogen werden. Gerade bei der im Rahmen dieser Arbeit vorgestellten Methode hat sich gezeigt, dass nicht alle Kombinationen aus Kamera- und Beleuchtungsfarbkanal ein physikalisch verwertbares und relevantes Signal erzeugen.

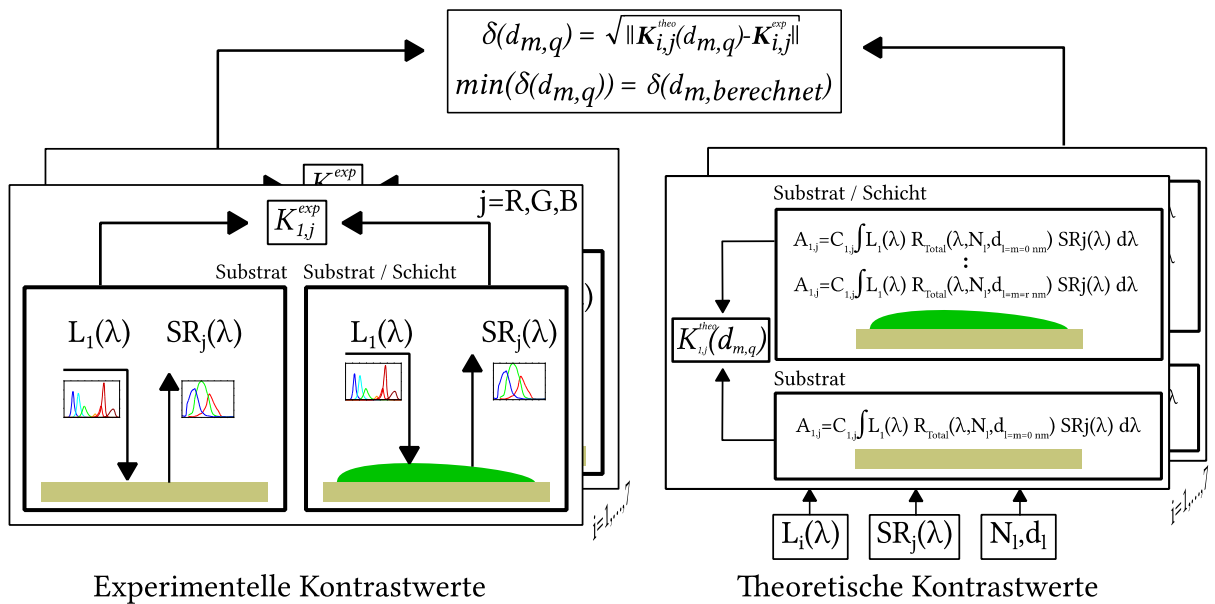


Abbildung 9: Ablauf einer Messung nach Imaging Color Reflectometry, angelehnt an Bornemann (2014). Allerdings ist der Algorithmus bereits auf mehrere Beleuchtungsfarbkanäle erweitert. Es ergeben sich insgesamt 21 auswertbare Kanäle, die die Minimierung der euklidischen Distanz beeinflussen.

Der Ablauf der Messung ist in Abbildung 9 dargestellt. Zur Berechnung der theoretischen Kontrastwerte müssen die Eingangsparameter Beleuchtungsspektrum, Brechungsindizes und die spektrale Empfindlichkeit der Kamera als Textdatei vorliegen. Somit können nach Wahl der Kanäle alle theoretischen Kontrastwerte ermittelt werden. Bevor die eigentliche Berechnung der Schichtdicke erfolgt, müssen alle experimentellen Daten vorliegen. Hierzu

werden die Bilddaten der Referenz und der applizierten Schicht mit den gewählten Lichtquellen beleuchtet und eine Aufnahme getätigt. Anschließend kann die pixelweise Minimierung der euklidischen Distanz durchgeführt werden, aus welcher die Zuordnung der Schichtdicke hervorgeht.

Im Verlauf dieses Kapitels wurden die optischen Grundlagen der Reflexion, Transmission, Absorption und Interferenz sowie matrixbasierte Modelle zur optischen Beschreibung mehrlagiger Schichtstapel hergeleitet. Darauf aufbauend wurde die Kontrastwertmethode zur Bestimmung der Schichtdicke erläutert und der Grundstein für die Weiterentwicklung auf Multichannel Imaging Color Reflectometry (MCICR) gelegt. Dies dient als Basis für die im folgenden Kapitel beschriebene Entwicklung der weiterführenden Messtechnikkonzepte zur Messung dünner Schichten in Reflexion und Transmission.

4. Multikanal Reflexions- und Transmissionsmesstechnik

Im Rahmen dieses Kapitels werden die einzelnen Schritte zur Erweiterung der Messtechnikkonzepte erläutert, beginnend mit den grundlegenden optischen Eigenschaften, wie etwa Beleuchtung, um den Messbereich zu vergrößern und Mehrdeutigkeiten zu verhindern. Anschließend wird die Notwendigkeit der Multikanal Transmissionsmessung dargelegt, um auch fluoreszente Halbleitermaterialien messen zu können. Aus der Implementierung der Multikanalmesstechnik ergibt sich die Möglichkeit, auch mehrlagige Schichtstapel charakterisieren zu können, was in dieser Form bis dato noch nicht möglich war. Auf Basis der Messtechnikkonzepte leiten sich die Anforderungen an den Messaufbau ab, welcher beide Messtechnikkonzepte vereinen, also in Transmission und in Reflexion multispektral Proben charakterisieren können soll. Neben der hardwareseitigen Auslegung wird dabei auch die softwareseitige Ansteuerung dargestellt. Um die Leistungsfähigkeit des Gesamtsystems beurteilen zu können, werden der Messaufbau und dessen Komponenten charakterisiert. Das beinhaltet neben der Untersuchung der Sensor- und Optik- Eigenschaften auch eine Bestimmung der Systemwiederholgenauigkeiten bei Messung in Transmission und Reflexion. Dies bestimmt die Leistungsfähigkeit und somit auch die Genauigkeit der Messsysteme.

4.1 Überblick über die Entwicklung der Messkonzepte

Aus dem im vorhergehenden Kapitel vorgestellten Messkonzept entstanden im Rahmen dieser Arbeit zwei weiterentwickelte Messmethoden. Diese basieren auf zwei grundsätzlichen Änderungen: auf der einen Seite die Änderungen im Hardware-Setup des Messaufbaus, auf der anderen Seite die Einführung einer weiteren Messmethode, die von der Verwendung des transmittierten Signals ausgeht. Somit ergibt sich sowohl die Erweiterung der ICR-Methode auf eine so genannte *Multichannel Imaging Color Reflectometry* (MCICR), als auch die Umsetzung der *Multichannel Transmission Measurements* (MCTM).

Der Messaufbau durchlief dazu mehrere Entwicklungsstufen. Entwicklungsstufe I bezieht sich dabei auf die von Bornemann (2014) und Stahl (2013) entwickelten Systeme zur Messung in Reflexion und Transmission. Die hier vorgestellte Transmissionsmesstechnik unterscheidet sich von der Messtechnik von Stahl vor allem durch die technische Umsetzung und die Verwendung eines neuartigen Ansatzes zur Messung der Schichtdicken. Hierzu werden im Rahmen dieser Arbeit gezielt die Absorptionsbanden der Halbleiter genutzt. Das Grundgerüst zur Berechnung der Schichtdicke aus dem Transmissionssignal basiert dabei auf den in den Kapiteln 3.2.2 und 3.2.3 gezeigten Modellen. Im Gegensatz dazu verwendet die von

Stahl entwickelte Transmissionsmesstechnik eine Kalibrierung des Detektorsignals über vorher gemessene materialabhängige Schichtdickenstandards.

Entwicklungsstufe II wurde im Rahmen der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Pries (2014) entworfen und verwendete ein LED-Panel im Format $30\text{ cm} \times 30\text{ cm}$ zur Beleuchtung sowie einen 50 / 50-Strahlteiler von Edmund Optics (Edmund Optics, 2018b) und einen flächigen CMOS-Chip im APSC-Format, um eine senkrechte Beleuchtung und Bildaufnahme der Probe zu gewährleisten. Die Entwicklungsstufe III, umgesetzt in der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Braig (2015), wurde mittels eines robusten Rahmens aus Aluminiumprofilen der Maße $45\text{ mm} \times 45\text{ mm}$ gefertigt und konnte Proben breitbandig über ein LED-Panel mit weißem Licht der Farbtemperatur 4000 K bestrahlen, sowohl in Reflexion, als auch in Transmission. Da sich eine breitbandige Bestrahlung photolumineszenter Proben als unvorteilhaft herausstellte, wurde das Grundkonzept einer Multikanalbeleuchtung in einem vom Autor betreuten Forschungspraktikum von Jung (2016) entworfen und getestet. Mit Hilfe dieser Multispektralbeleuchtung konnten erste Tests zur Messung dünner Schichten in engen Spektralbereichen durchgeführt werden. Die Integration der Multikanalbeleuchtung in den Messaufbau zur Entwicklungsstufe IV erwies sich dabei vor allem für die Messung photolumineszenter Halbleiter in Transmission als vorteilhaft. Die Entwicklungsstufen I-IV waren bildseitig mit einem Canon 180 mm , $F3.5$ Makroobjektiv und einer Canon EOS 70D mit 20 Megapixel CMOS-APS-C-Formatsensor ausgestattet. Entwicklungsstufe V beschreibt die vollständige Neuentwicklung des Messaufbaus inklusive telezentrischem Objektiv, der Möglichkeit in Transmission- und Reflexion zu messen sowie der Integration der Multikanalbeleuchtung. Zur vollständigen Abdeckung des Bildkreises wurde in der Entwicklungsstufe V zusätzlich eine Canon EOS 6D mit einem 20 Megapixel CMOS-Vollformatsensor (35 mm) verwendet.

Die folgenden Kapitel werden die unterschiedlichen Erweiterungen und deren Einfluss auf die Messtechnik untersuchen. Das beinhaltet zum einen die Evaluierung der Auswirkungen unterschiedlicher Beleuchtungen bzw. deren Spektren auf die Güte der Messung. Zum anderen wird der Einfluss des telezentrischen Objektivs abgeschätzt und beurteilt. Abschließend wird die *Multichannel Transmission Measurements* (MCTM) vorgestellt, charakterisiert und diskutiert. Die gezeigten Ergebnisse beziehen sich in den anschließenden Kapiteln ausschließlich auf die Entwicklungsstufe V der Messtechnikkonzepte, welche beide Messmethoden in einem Aufbau integriert.

4.2 Erweiterung des bestehenden Messtechnikkonzepts auf Multikanalmessungen

In diesem Unterkapitel werden zwei grundsätzliche Verbesserungen gegenüber der *Imaging Color Reflectometry* dargestellt und diskutiert: einerseits der Einfluss der Beleuchtung auf die Qualität des Messergebnisses, andererseits die Entstehung von Mehrdeutigkeiten, eine fehlerhafte Zuordnung der experimentellen Kontrastwerte aufgrund von mehreren Minima in den theoretischen Kontrastwerten.

4.2.1 Einfluss verschiedener Beleuchtungen auf die Schichtdickenmessung

Durch die Verwendung unterschiedlicher Beleuchtungen entstehen bei Messung einer identischen Probe unterschiedliche Kontrastwertverläufe für die einzelnen Farbkanäle. Um den Einfluss verschiedener Beleuchtungen auf die Qualität der Messung besser validieren zu können, wird im Folgenden eine Musterprobe bei Charakterisierung in den unterschiedlichen Entwicklungsstufen gezeigt.

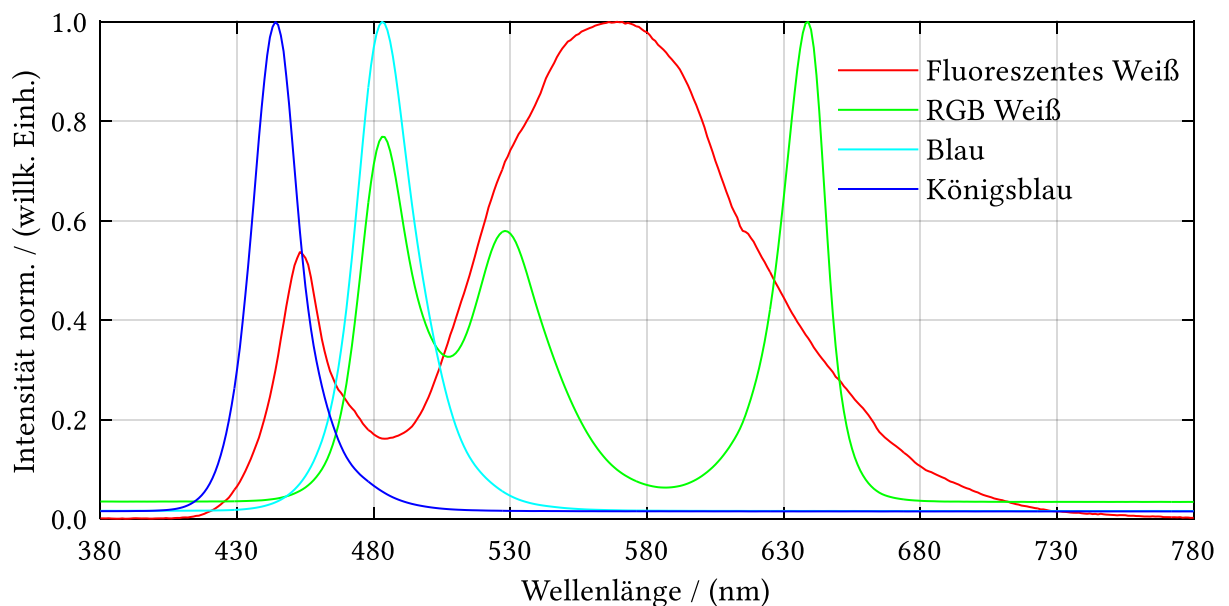


Abbildung 10: Beleuchtungsspektren der unterschiedlichen Entwicklungsstufen des Messaufbaus. Diese bestehen aus einem fluoreszente Weiß einer flächigen LED-Beleuchtung (Entwicklungsstufen I-III), einem RGB-Weiß (Entwicklungsstufen IV-V) und einer jeweils separaten Beleuchtung mit LEDs im königsblauen und blauen Spektralbereich.

Die Probe wird dabei sukzessive mit den in Abbildung 10 dargestellten Spektren beleuchtet und gemessen. Bei Verwendung der weißen Beleuchtungen kommt die Methode nach Bornemann zum Einsatz, bei Verwendung der beiden blauen Beleuchtungen wird die so genannte Multikanalmessung angewandt. Das beinhaltet die Messung im blauen

Kamerafarbkanal bei Beleuchtung mit blauer LED. Anschließend wird die Schichtdicke mittels des in Kapitel 3.2.3 vorgestellten Algorithmus berechnet.

Als zu untersuchende Probe wird eine gedruckte PEDOT:PSS-Schicht verwendet. Diese wurde mittels Tiefdruck auf Indiumzinnoxid (ITO) (Gross, Winnacker & Wellmann, 2007) beschichtete Gläser aufgebracht. Die Proben wurden mit der Labordruckmaschine Prüfbau FT150 des Herstellers Prüfbau Dr.-Ing. H. Dürner GmbH hergestellt. Dieser speziell entwickelte Maschinentyp besitzt die Möglichkeit unter Inertgas und gesättigter Lösemittelatmosphäre zu arbeiten, um Schichtbildungsphänomene zu untersuchen. Zum Einsatz kam dabei ein so genannter Screeningzylinder, wie er auch schon bei Bornemann (2014) verwendet wurde. Die vom Hersteller angegebene Gravur, mit der die Probe hergestellt wurde, weist eine Lineatur von $70 \frac{l}{cm}$, einen Rasterwinkel von 45° und eine Gravurtiefe von ca. $26 \mu m$ auf. Das quadratische Testfeld hat eine Fläche von $900 mm^2$. Die Gravurdaten sind allerdings nur ein grober Richtwert, da die Erfahrungen im Rahmen des öffentlich geförderten BMBF-Verbundprojekts POESIE gezeigt haben, dass es unter den Druckformherstellern leider keinen einheitlichen Standard gibt. Die Druckgeschwindigkeit betrug $1 \frac{m}{s}$ bei einem Anpressdruck von $30 \frac{N}{mm}$ und einem Rakelwinkel von 70° . Die Tinte bestand aus einem PEDOT:PSS VPAI 4083 -Ethanol-Gemisch mit einem 20 %_w-Anteil Ethanol zur besseren Benetzung des ITO-Substrates. Das ITO-Substrat der Größe $150 mm \times 150 mm$ ist mit einer $159 nm$ dicken ITO-Schicht besputtert und wurde von Projektpartnern aus dem PrintOLED II-Projekt (BASF et al., 2013; Technische Universität Darmstadt, 2012) zur Verfügung gestellt. Um neben der Tintenformulierung eine zusätzliche bessere Benetzung zu gewährleisten, wurde das Substrat für $5 min$ mit einem O_2 -Plasma bei 100% Leistung behandelt. Aufgrund der verbesserten Benetzungseigenschaften konnten geschlossene Schichten hergestellt werden. Um eine Aussage über den Einfluss der Beleuchtung auf die experimentellen Kontrastwerte $K_{i,j}^{exp}$ treffen zu können, wird ein ca. $6,8 mm$ breiter und $54 mm$ langer Ausschnitt aus der Gesamtmessung zur Beurteilung herangezogen. Dieser beinhaltet zwei Substratbereiche und die Anfänge der jeweils nebenliegenden Schicht sowie die ganze Breite des Testfeldes. Aus dem Bildzuschnitt wird ein Linienprofil extrahiert, das relevante und eindeutige Merkmale der Schicht abbildet. Dazu gehören neben den beiden Substratstellen auch eine auf der Schicht befindliche Fehlstelle, die durch Entnetzung entstanden ist, sowie die Randwälle. Diese entstehen dadurch, dass das Ethanol am Rand des Testfeldes schneller verdunstet und die Oberflächenenergie dadurch lokal erhöht wird. Daraus resultiert eine so genannte Marangoniströmung. (Deegan et al., 1997; Giroto, Moia, Rand & Heremans, 2011)

Zuerst wird das extrahierte Linienprofil bei Beleuchtung mit fluoreszenter, weißer LED untersucht. Die Linienprofile und die zugehörigen experimentellen Kontrastwerte sind in Abbildung 11 a) und b) dargestellt.

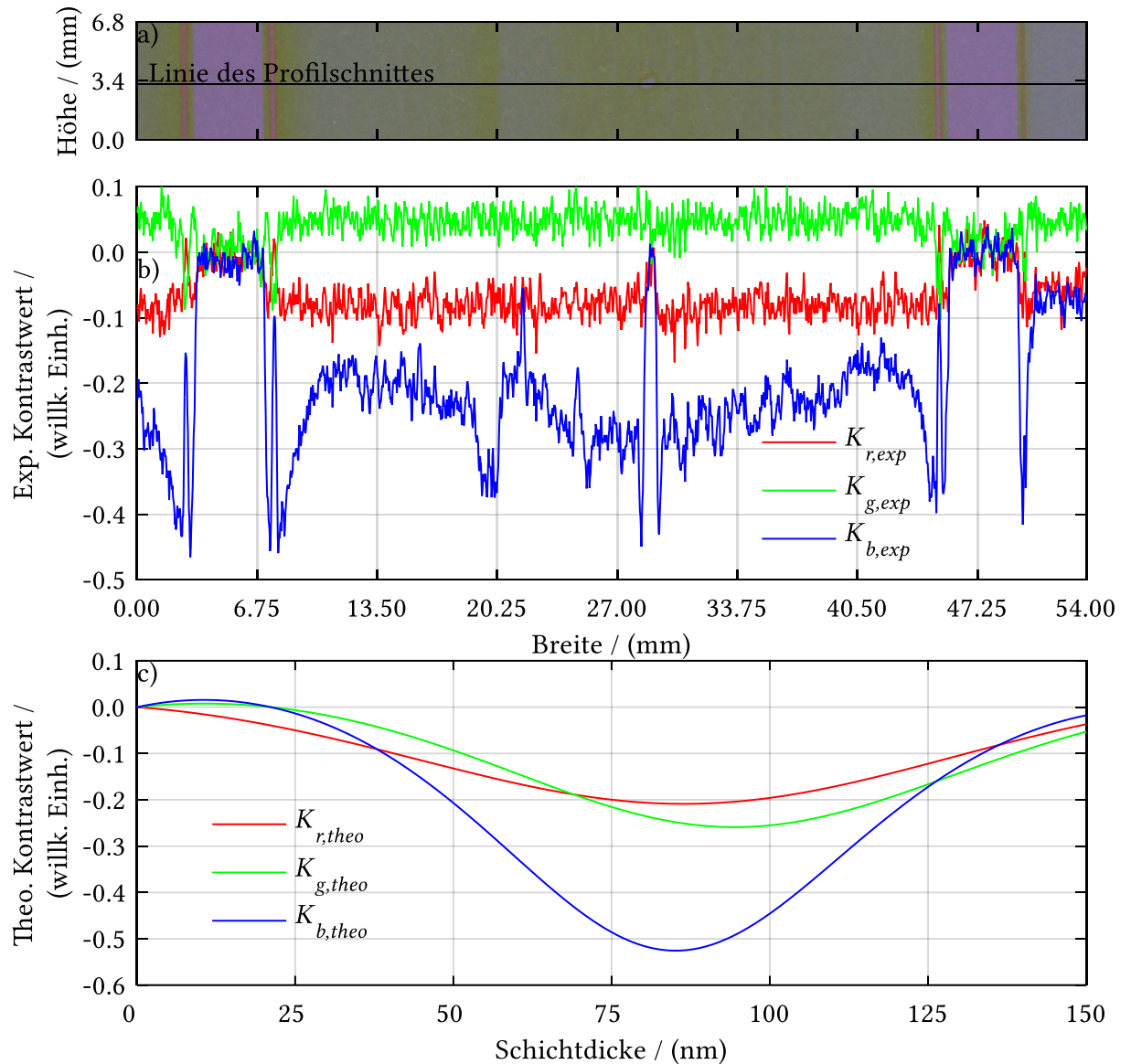


Abbildung 11: a) Belichtete Probe und zugehöriges Linienprofil. b) Experimentelle Kontrastwerte der Kamerafarbkanäle r,g und b bei Beleuchtung mit fluoreszenter, weißer LED. Es ist zu sehen, dass lediglich der blaue Kanal zufriedenstellende Informationen über den Verlauf der Schichtdicke anhand der Kontrastwerte zur Verfügung stellt. c) Theoretische, berechnete Kontrastwerte für das verwendete Beleuchtungssystem. Die Kontrastwertkurven des roten und grünen Kamerafarbkanals sind deutlich flacher und weisen deutlich schwächeren Kontrast als der blaue Kamerafarbkanal auf.

Die Kontrastwerte des roten und des grünen Kamerafarbkanals beinhalten dabei wenige Informationen, die Schicht wird nicht nachgebildet. Der blaue Kamerafarbkanal ist deutlich aussagekräftiger und bildet die Schicht mit mehr Informationen nach. Dies liegt unter

anderem daran, dass für dünne Schichten die Intensitätsschwankung der Dünnschichtinterferenz im kurzwelligeren Spektrum (blauer Kamerafarbkanal) deutlich stärker ist.

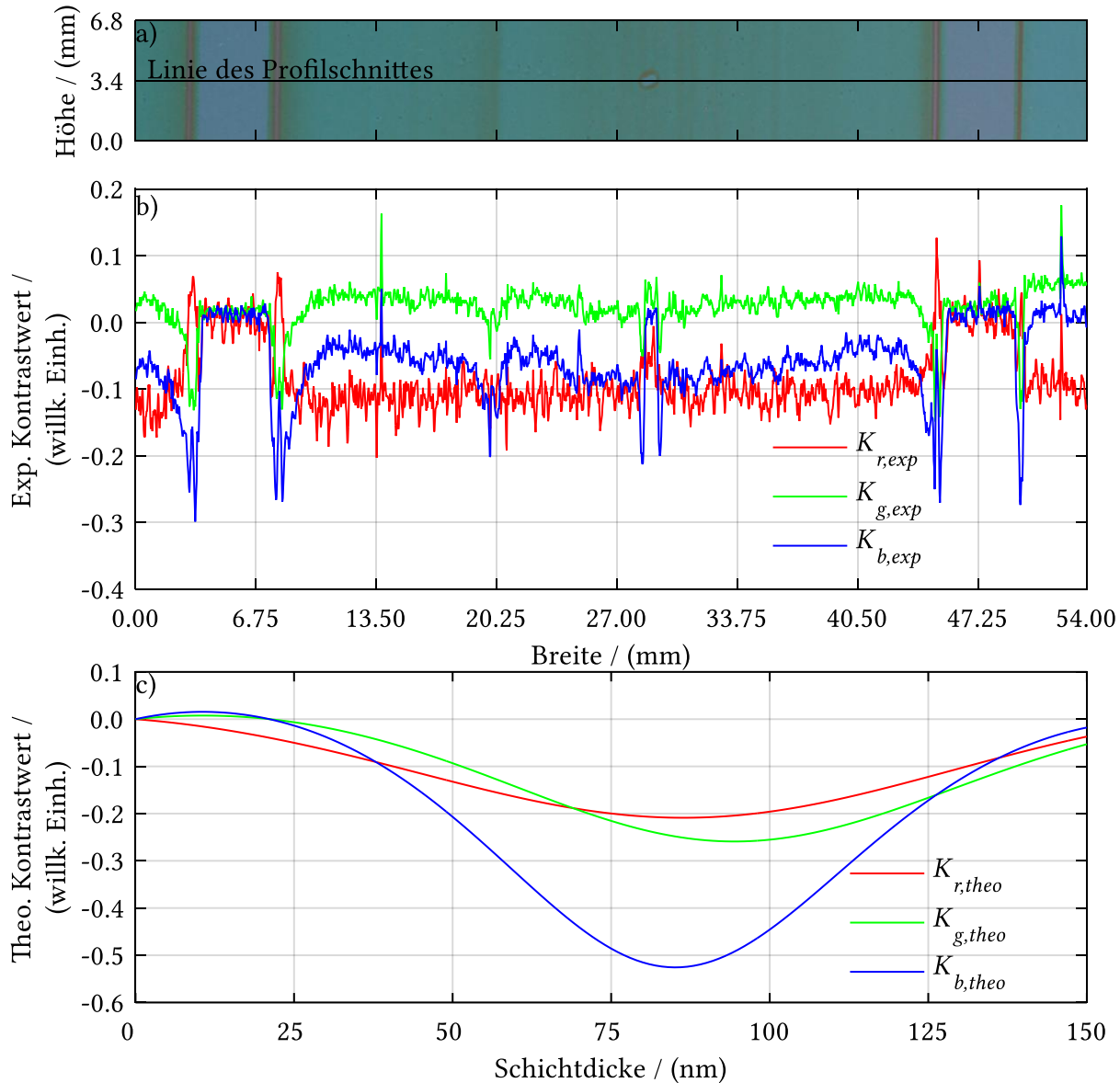


Abbildung 12: a) Belichtete Probe und zugehöriges Linienprofil. b) Experimentelle Kontrastwerte K_{exp} der Kamerafarbkanäle r,g und b bei Beleuchtung mit einer RGB-LED. Es ist zu sehen, dass der blaue $K_{b,exp}$ und der grüne Kanal $K_{g,exp}$ ähnliche Informationen über den Verlauf der Schichtdicke anhand der Kontrastwerte zur Verfügung stellen. Der rote Kanal $K_{r,exp}$ hingegen weicht von den Kontrastwertverläufen der beiden anderen Kanäle ab. c) Theoretische, berechnete Kontrastwerte für das verwendete Beleuchtungssystem.

Bei simultaner Beleuchtung mit RGB-LEDs steigen die Kontrastwerte sowohl im blauen, als auch im grünen Kamerafarbkanal, so zu sehen in Abbildung 12 a) und b). Hervorzuheben sind dabei vor allem die angesprochenen Merkmale der gedruckten Schicht, die gut in den experimentellen Kontrastwerten zu erkennen sind. Aus den vorhergehenden Beispielen und

den gezeigten Messergebnissen folgt die Überlegung, dass je kleiner die spektrale Halbwertsbreite, desto besser das vom Detektor verwertbare Interferenzsignal ist, sofern bei simultaner Beleuchtung mit drei verschiedenen Spektren ein Sensor mit vorgeschalteten RGB-Filtern verwendet wird. Somit werden auch die Kontrastwertverläufe deutlich beeinflusst. Auf Basis dieser Überlegung entstand im Rahmen dieser Arbeit die im weiteren Verlauf vorgestellte Multikanalmesstechnik. Als zusätzlicher Vorteil erweist sich dabei die Möglichkeit, dass über das schmalbandige Spektrum der Beleuchtung die Messung an materialspezifische Voraussetzungen und die Schichtdicke angepasst werden kann.

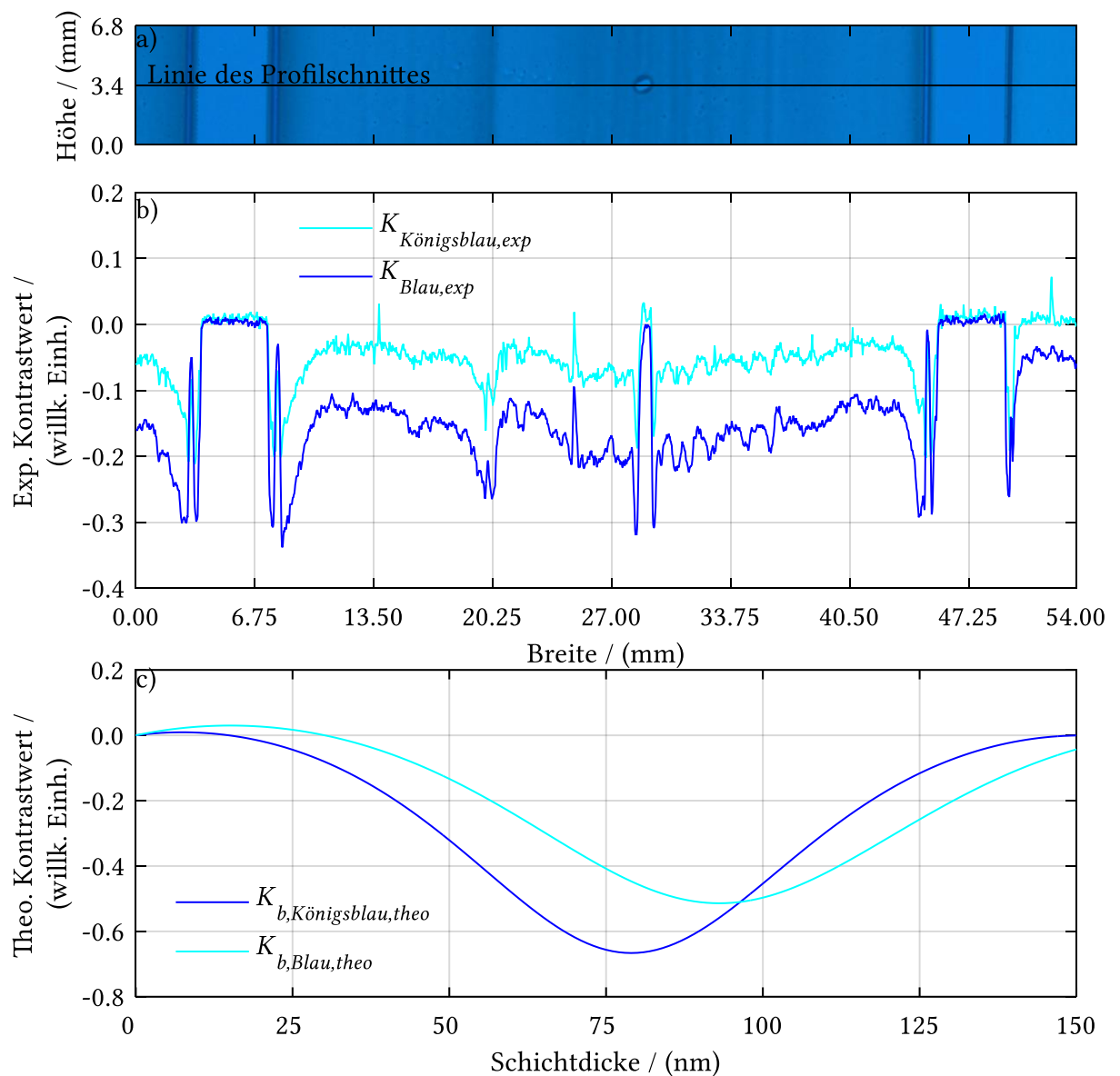


Abbildung 13: a) Im blauen Farbkanal beleuchtete Probe. b) Experimentelle Kontrastwerte $K_{\text{Königsblau,exp}}$ und $K_{\text{Blau,exp}}$ des Profilschnitts bei Beleuchtung im königsblauen und blauen Beleuchtungsfarbkanal. c) Theoretische Kontrastwerte $K_{b,\text{Königsblau,theo}}$ und $K_{b,\text{Blau,theo}}$ bei Berechnung mit königsblauer und blauer Beleuchtung und Detektion im blauen Kamerafarbkanal.

Wie in Abbildung 9 dargestellt, wird für eine Multikanalmessung ein Bilddatensatz in allen Beleuchtungsfarbkanälen benötigt. Die in Abbildung 13 aufgeführten Messdaten zeigen die PEDOT:PSS-Probe bei Messung mit königsblauer und blauer Beleuchtung bei Detektion im blauen Kamerafarbkanal. Durch die vergleichsweise kurze Wellenlänge der blauen Beleuchtungen entstehen, aufgrund der stärkeren Intensitätsunterschiede in der Interferenz, zwei Kontrastwertlinien, die die Merkmale der Schicht besser abbilden. Gut zu sehen sind Randwälle und Substrat sowie die mittige Entnetzung. In Kombination mit den theoretischen Kontrastwertkurven entsteht ein Datensatz, der in der Minimierung der euklidischen Distanz deutlich robuster ist. Dies führt ebenfalls zu besseren Schichtdickenberechnungen.

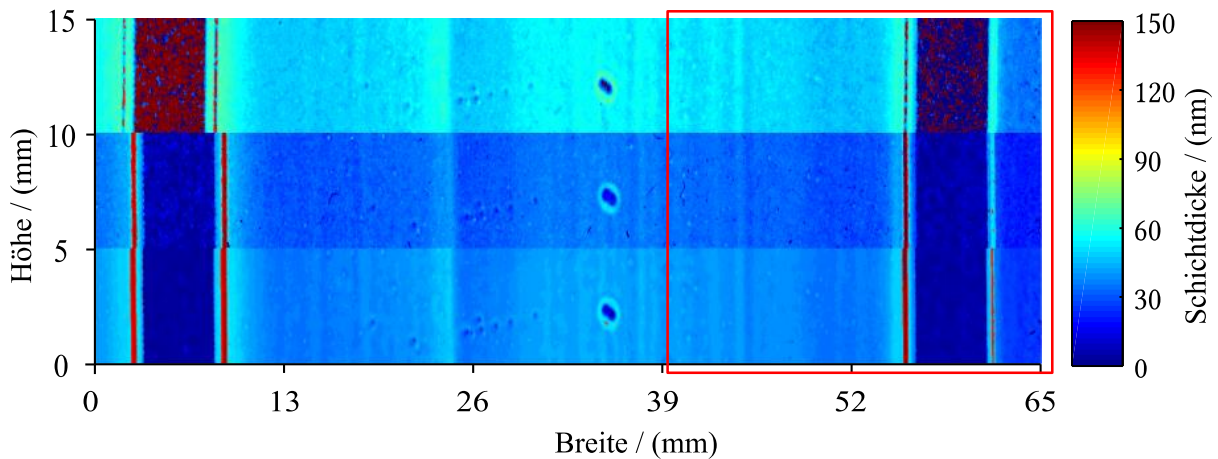


Abbildung 14: Aus den vorhergehenden experimentellen und theoretischen Kontrastwerten berechnete Schichtdickentopographien. Von oben nach unten wurde die Probe mit der fluoreszenten, weißen LED, der RGB-weißen LED und den verschiedenen blauen LEDs beleuchtet. Die Schichtdickenzuordnung wird dabei deutlich robuster. Es ist gut zu sehen, wie die Merkmale deutlicher zugeordnet werden. Das rote Fenster zeigt den Ausschnitt, aus dem das nachfolgende Profil extrahiert wurde.

Die in Abbildung 14 dargestellten Schichtdickentopographien zeigen deutlich den Einfluss der Beleuchtung und somit der experimentellen Kontrastwerte auf die einzelnen Merkmale der Schicht. Die Schichtdickentopographie ist dabei von oben nach unten mit der fluoreszenten LED, der RGB-LED und den beiden blauen LEDs beleuchtet worden. Drei markante Unterschiede sind sichtbar. Zuerst ist deutlich erkennbar, dass das Substrat in der mittleren und unteren Berechnung korrekt zugeordnet wird, während im oberen Teil das Substrat mit einer Schichtdicke $d_{berechnet} = 150 \text{ nm}$ berechnet wurde. Dieses Phänomen wird im Folgenden Mehrdeutigkeit genannt. Es tritt auf, wenn die Minimierung der euklidischen Distanz zwischen experimentellen und theoretischen Kontrastwerten zwei oder mehr Minima aufweist.

Ein weiteres wichtiges Merkmal ist der so genannte Randwall, der durch Marangonikonvektion an den Rändern der gedruckten Schicht entsteht. Es ist klar zu sehen, dass in der oberen Topographie die Randwälle weniger deutlich abgebildet werden als in den

beiden anderen Topographien. Am deutlichsten wird dieses Merkmal in der unteren Topographie, also bei Beleuchtung mit schmalbandigem, blauem Spektrum abgebildet. Als drittes Merkmal wird die eigentliche Schichtdicke und deren ortsabhängiger Verlauf verwendet.

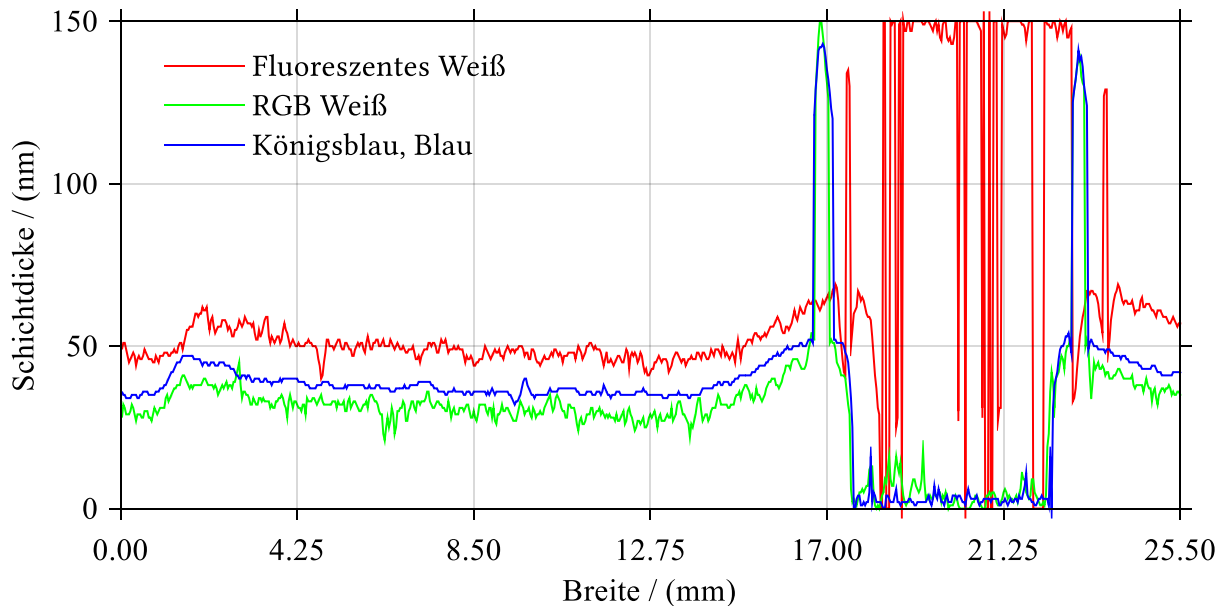


Abbildung 15: Schichtdickenprofil aus den in Abbildung 14 gezeigten Messungen. Die Profile wurden aus dem rot gekennzeichneten Bereich in Abbildung 14 entnommen. Die Profile zeigen alle Merkmale, die zur Beurteilung des Einflusses der Beleuchtung auf die Messung nötig sind. Das rote Profil (fluoreszentes Weiß) ist leicht verschoben, da die Substrate bei voneinander unabhängigen Messungen nicht reproduzierbar positioniert werden können.

Die Schichtdickenprofile, dargestellt in Abbildung 15, zeigen die bereits erwähnten Merkmale der gedruckten Schicht. Sehr gut zu sehen sind die Mehrdeutigkeiten bei Zuordnung des Substrates für die Beleuchtung mit fluoreszenter, weißer LED. Das Substrat sowie die Randwälle an den Rändern der Probe werden nicht korrekt zugeordnet. Die Höhe des Randwalls mit ca. $130\text{ nm} - 150\text{ nm}$ entspricht einer Höhe aus Vergleichsmessungen mittels taktiler Messmethoden (siehe Anhang A.5). Zusätzlich lässt sich feststellen, dass die unterschiedlichen experimentellen Kontrastwerte auch zu leicht unterschiedlichen Schichtdicken im Bereich von $30\text{ nm} - 50\text{ nm}$ führen. Die fluoreszente, weiße Beleuchtung ordnet die höchste Schichtdicke zu, während die experimentellen Kontrastwerte bei RGB-Beleuchtung den geringsten Schichtdicken zugewiesen werden.

Durch die Verwendung schmalbandiger Beleuchtungen und eine Erweiterung der Messmethode auf mehrere Kanäle (Multikanalmessung) kann diese robuster in der Schichtdickenmessung ausgelegt werden. Allerdings stellt die Erweiterung auf Multikanalmessungen mehrere Herausforderungen an die Konzeption des Messaufbaus, die in Kapitel 4.2.6 bis 4.4 dargestellt werden.

4.2.2 Mehrdeutigkeiten

Die Berechnung der theoretischen Kontrastwerte beruht auf der Modellierung des optischen Gesamtsystems. Bei der Verwendung eines Gesamtaufbaus, bestehend aus fluoreszenter Weißlichtquelle und RGB-Detektor, kann es bei der Zuordnung über die Kontrastwerte zu nicht eindeutigen Ergebnissen kommen. Dies liegt zum einen an den optischen Eigenschaften der Materialien, zum anderen an der Funktionsweise des Zuordnungsalgorithmus. Je nach den optischen Eigenschaften des Materials ergibt sich, wie zum Beispiel in Abbildung 13 c) zu sehen, ein sinusförmiger Verlauf der Kontrastwerte für die einzelnen Farbkanäle in Abhängigkeit der Schichtdicke. Die Zuordnung erfolgt konsequent über die Minimierung der euklidischen Distanz zwischen den gemessenen und den berechneten Kontrastwerten. Prinzipiell wird ein solcher Kontrastwertverlauf mit zunehmender Schichtdicke aufgrund der Interferenz und der optischen Absorption gedämpft. Wird im Folgenden ein Beispiel wie in Abbildung 11 und Abbildung 12 herangezogen, ein Messaufbau mit weißer Beleuchtung, so können bei der Minimierung der euklidischen Distanz mehrere Distanzen $\delta_1, \dots, \delta_n$ auftreten, die in einem sehr ähnlichen Bereich liegen, also $\delta_1 \approx \delta_2 \approx \dots \delta_n$. Daraus kann eine Falschzuordnung entstehen. Maßgeblich sind dabei die Berücksichtigung von Kamerafarb- und Beleuchtungskanälen, die kein verwertbares Signal erzeugen und somit die euklidische Distanz unerwünscht beeinflussen. Das Intervall $q = 1, \dots, r$, für welches die Kontrastwerte der obersten Schichtdicke m berechnet werden, spielt eine zentrale Rolle, da dieses die Gesamtmenge aller Minima, sowohl global als auch lokal, beschränkt. Um den Einfluss des Schichtdickenintervalls auf die euklidische Distanz zu veranschaulichen, wird das oben erwähnte Beispiel einer auf ITO-Glas gedruckten PEDOT:PSS-Schicht herangezogen. Die PEDOT-Schicht wurde mittels Tiefdruck auf Glas/ITO appliziert. Für die Berechnung wurde eine ITO-Schichtdicke von $d_1 = 192 \text{ nm}$ angenommen. Die Brechungsindizes sind in Kapitel 5.1 zu finden. Wie im vorangegangenen Beispiel wurde die Probe anschließend mit den unterschiedlichen Beleuchtungen charakterisiert. Es wurden dabei analog zum Beispiel in Kapitel 4.2.1 identische Beleuchtungsspektrum-Kamerafarbkanalkombinationen verwendet. Auf Basis der Prozessparameter sollte die Schichtdicke je nach Transfervolumen und Prozessierung im Tiefdruck zwischen $(38 - 50) \text{ nm}$ liegen. Das berechnete Schichtdickenintervall beträgt $q = (0, \dots, 600) \text{ nm}$. Um den Einfluss besser demonstrieren zu können, wird die euklidische Distanz zweier benachbarter Pixel berechnet. Die Pixel sollten dabei in einem ähnlichen Schichtdickenbereich liegen.

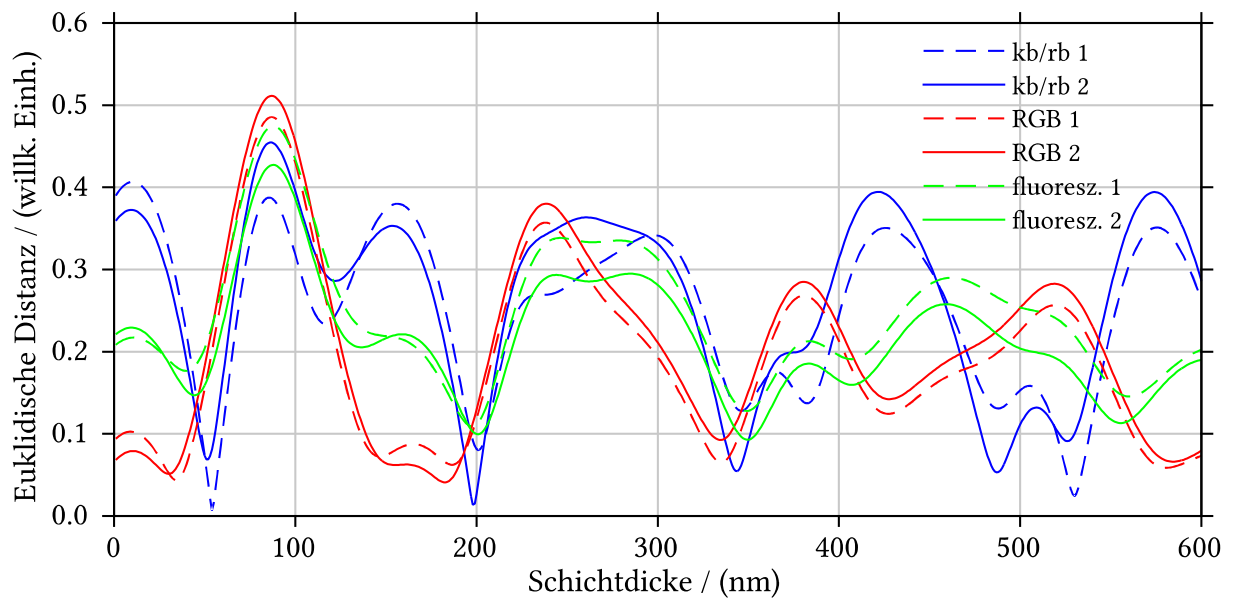


Abbildung 16: Euklidische Distanz zweier nebeneinanderliegender Pixel mit ähnlichem experimentellen Kontrastwert für ein Intervall von $q = 0 \text{ nm}, \dots, 600 \text{ nm}$. Die Schichtdicken wurden allerdings abhängig von der Beleuchtung unterschiedlich bestimmt. Die Probe wurde dabei mit unterschiedlichen Spektren beleuchtet. Der Einfluss der verschiedenen Beleuchtungen wirkt sich signifikant auf die Berechnung der euklidischen Distanz aus und führt zu unterschiedlichen Verläufen. Gut zu sehen sind die verschiedenen Minima bei unterschiedlichen Schichtdicken.

Als Ausgangspunkt für die Betrachtung der euklidischen Distanz dient der Datensatz, zu sehen in Abbildung 16. Die beiden blauen Datensätze kb/rb 1 und kb/rb 2 zeigen benachbarte Pixel bei Beleuchtung im königsblauen und blauen Spektrum und der Detektion im blauen Kamerafarbkanal, die roten Datensätze RGB 1 und RGB 2 zwei benachbarte Pixel bei Beleuchtung mit RGB-Weiß und einer Detektion in den RGB-Kamerafarbkanälen, während die beiden grünen Datensätze fluoresz. 1 und fluoresz. 2 die minimale euklidische Distanz bei Beleuchtung mit fluoreszentem Weiß darstellen. Die minimalen euklidischen Distanzen für zwei unterschiedliche experimentelle Kontrastwerte innerhalb eines Datensatzes sind sich vom Verlauf her ähnlich, weisen aber unterschiedliche Positionen der Minima auf. So befinden sich beispielsweise die Minima der blauen Kurven kb/rb 1 und kb/rb 2 zweier nebeneinanderliegender Pixel bei 53 nm (gestrichelte Kurve) und bei 197 nm (durchgezogene Linien). Durch die Begrenzung des Schichtdickenintervalls q kann die Zuordnung über die euklidische Distanz stark beeinflusst werden. Wird nochmals das Beispiel des blauen Datensatzes kb/rb 1 und kb/rb 2 herangezogen, so fällt bei einer Limitierung des Schichtdickenintervalls auf $q = 0, \dots, 150 \text{ nm}$ die zugeordnete Schichtdicke des Datensatzes kb/rb 2 auf 50 nm . Noch schwieriger wird die Zuordnung bei Verwendung breitbandiger Spektren, wie in Abbildung 16 durch die roten RGB 1 und RGB 2 und grünen fluoresz. 1 und fluoresz. 2 Datensätze dargestellt. So entstehen schon bei deutlich kleinerem

Schichtdickenintervall q Mehrdeutigkeiten, die zu Falschberechnungen⁶ führen können. Auffällig ist dabei, dass die lokalen Minima und Maxima in einem schmalen Abstandsband liegen. Die Ausprägung der lokalen Minima und Maxima wird deutlicher, je schmalbandiger die Beleuchtung wird. Der Einfluss der gewählten Beleuchtung sowie die optischen Eigenschaften der zu untersuchenden Materialien legen die Limitierungen für das zu untersuchende System fest. In diesem Fall liegt für das blaue Beleuchtungssystem die maximal messbare Schichtdicke bei $d_q = 0, \dots, 150 \text{ nm}$. Bei einem größeren Schichtdickenintervall würde die euklidische Distanz im zweiten Minimum zu einer Falschzuordnung führen. Mit dem Beispiel aus Kapitel 4.2.1 leiten sich somit einige Grundvoraussetzungen für die Verwendung der *Imaging Color Reflectometry* (ICR) und deren Erweiterung auf mehrkanalige Messungen ab, die im Folgenden kurz zusammengefasst werden:

1. Die ICR-Methode ist robust, sofern das theoretische Schichtdickenintervall und die Beleuchtung passend gewählt werden.
2. Es existiert ein begrenztes Schichtdickenintervall, das mittels ICR gemessen werden kann, ohne dass dabei Mehrdeutigkeiten entstehen.
3. Die maximal messbare Schichtdicke hängt von den optischen Eigenschaften des Materialsystems ab.
4. Die maximal messbare Schichtdicke, die mittels ICR gemessen werden kann, hängt vom Spektrum der gewählten Beleuchtung ab.
5. Die maximal messbare Schichtdicke, die mittels ICR gemessen werden kann, hängt vom gewählten Kamerafarbkanal ab.

Aus diesen Überlegungen entsteht das Konzept der so genannten Multikanalmessungen, welches im folgenden Kapitel vorgestellt wird.

⁶ Falschberechnungen der Schichtdicke werden auch schon in der vom Autor betreuten Arbeit von Pries (2014, S. 80) und in der Arbeit von Bornemann (2014, S. 108) erwähnt und Fehlerquellen diskutiert.

4.2.3 Erweiterung auf Multikanalmessung

Als Multikanalmessung wird im Folgenden die optische Messung einer Probe in Transmission oder Reflexion mittels Kontrastwerten unter Verwendung verschiedenspektraler Beleuchtungen definiert. Die Anzahl der Beleuchtungskanäle muss dabei $i > 1$ betragen. Dazu wird das Messkonzept von einem fluoreszenten, großflächigen, weißen (einkanaligen) LED-Panel auf mehrere spektral schmalbandige LED-Beleuchtungen erweitert. Die Teilintensitäten bei Beleuchtung der Probe werden anschließend mittels eines Sensors detektiert. Es werden im Rahmen dieser Arbeit sieben verschiedene LEDs mit unterschiedlichen Spektren in Kombination mit einem RGB-Sensor verwendet. Prinzipiell kann aber auch ein monochromer Sensor eingesetzt werden. Aufgrund der Erweiterung der vorhandenen Messtechnik von Reflexion auf Transmission bietet sich eine zusätzliche Filterung über Kamerafarbkanäle an. In Kapitel 4.2.4 wird dies im Detail erklärt und analysiert. Daraus ergibt sich ein grundlegender Unterschied zur bereits in Kapitel 3.2.3 beschriebenen Methode. Dieser liegt in der modifizierten Versuchsanordnung, wie in Abbildung 8 dargestellt.

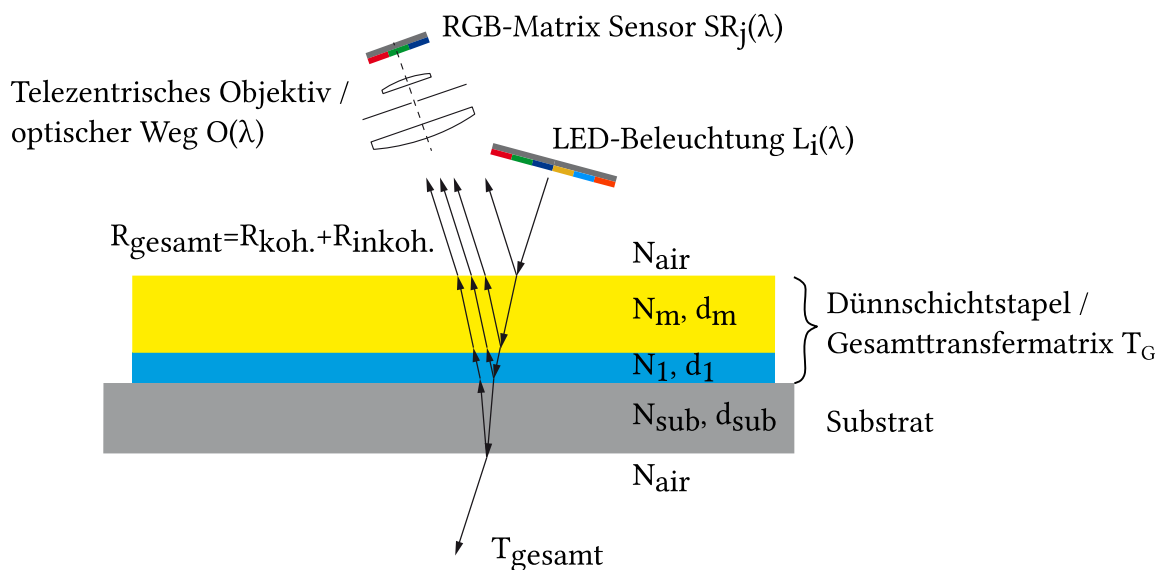


Abbildung 17: Konzept der Multikanalmessung. Die Schicht wird mit einer multispektralen Lichtquelle $L_i(\lambda)$ beleuchtet. Das reflektierte und durch die Dünnschichtinterferenz modifizierte Signal wird anschließend mittels RGB-Sensor detektiert.

Die modifizierte Versuchsanordnung führt dazu, dass insgesamt drei Kamerafarbkanäle mit sieben Beleuchtungsfarbkanälen kombiniert und somit 21 verschiedene Kanäle berücksichtigt werden können. Allerdings führt nicht jeder Kanal zu einem physikalisch verwertbaren Signal, so dass im weiteren Verlauf dieser Arbeit eine Vorgehensweise definiert wird, welche Kanäle zur Berechnung der Schichtdicke herangezogen werden können.

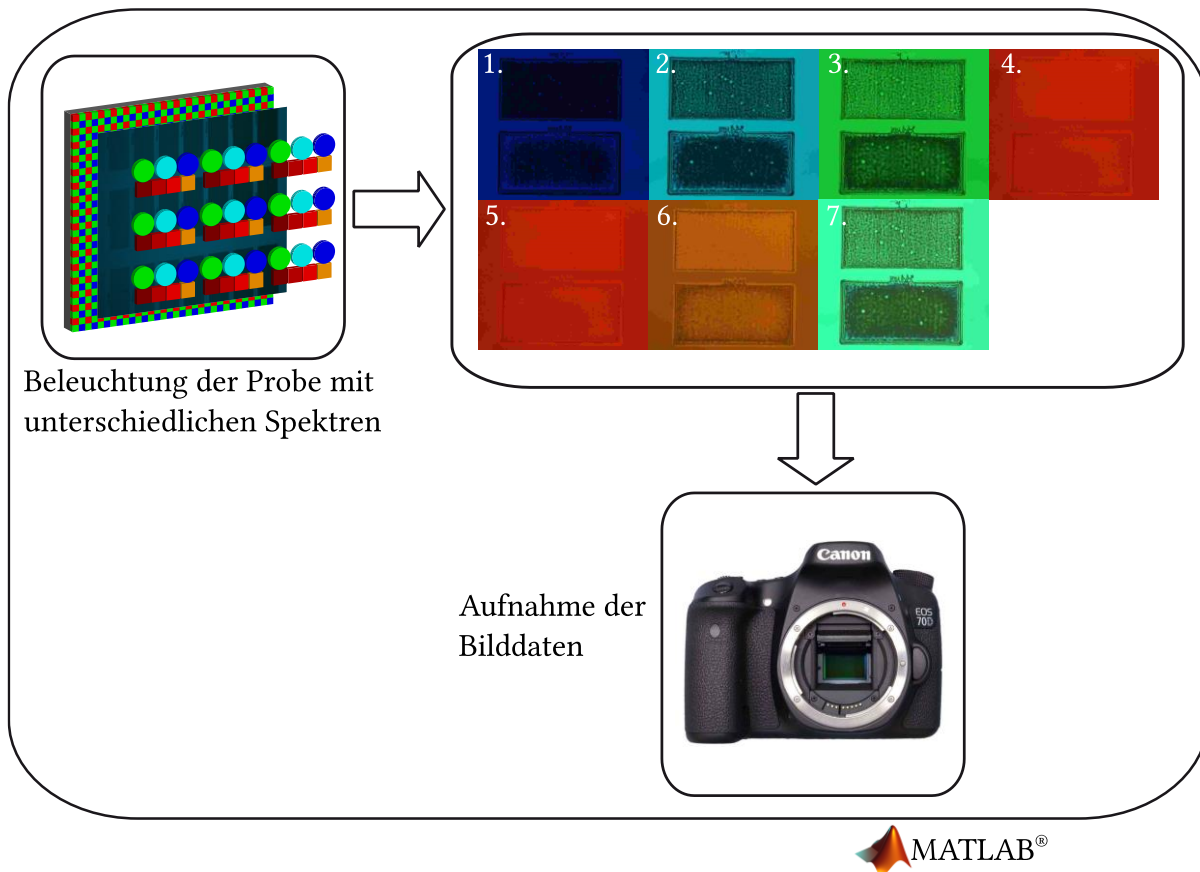


Abbildung 18: Ablauf der Aufnahme experimenteller Daten bei Verwendung der Multikanalmessung. Sukzessive wird bei Beleuchtung der Probe mit jedem Beleuchtungsfarbkanal i ein Bild aufgenommen. Ein vollständiger Datensatz besteht aus sieben Bildern unterschiedlicher Beleuchtung für die eigentliche Probe, sowie einem Satz von sieben Bildern der Referenz.

Die Berechnung der Schichtdicke bzw. der modifizierte ICR-Algorithmus wurden der Übersichtlichkeit halber bereits im Grundlagenkapitel 3.2.3 für Multikanalmessungen erweitert und vorgestellt. Die Erweiterungen auf mehrere Kanäle führen zu einem erhöhten Rechenaufwand und einer deutlich höheren Anforderung an den Messaufbau. Um dem erhöhten Rechenaufwand gerecht zu werden, wurde der Algorithmus so programmiert, dass die Datensätze parallel verarbeitet werden können. Da für jede Multikanalmessung sieben Aufnahmen in den unterschiedlichen Beleuchtungskanälen durchgeführt werden, ist es notwendig, dass bei Datenaufnahme sowohl Sensor und Beleuchtung als auch Probe keine Verschiebung relativ zueinander erfahren, da sonst die pixelbasierten Informationen der einzelnen Bilder nicht positionsgetreu sind. Aus diesem Grund soll auf bewegliche Komponenten weitestgehend verzichtet werden.

Folgende Anforderungen an die Umsetzung eines Multikanalmessaufbaus wurden berücksichtigt:

- Verwendung eines flächigen Sensors, um laterale Verschiebungen der Probe durch Schwingungen während der Aufnahme eines Datensatzes zu minimieren
- Verwendung eines Sensors mit vorgeschalteter RGB-Filterbank zur Messung in Transmission und Reflexion
- Ausreichende Auflösung, um Defekte, wie etwa Entnetzungen oder Welligkeiten zu identifizieren
- Einfacher Zugang zu Rohdaten des Kamerasensors
- Kalibrierter optischer Aufbau
- Optisches System, das dem theoretischen Modell möglichst nahe ist
- Flächige Multikanalbeleuchtung mit homogener Beleuchtung
- Hohe Positioniergenauigkeit der Proben
- Messungen in Reflexion und Transmission ohne weiteren Umbau
- Elektronische Ansteuerung der Beleuchtung und des Sensors über MATLAB

Die vorgestellte Erweiterung der Messtechnik auf Multikanalmessungen bildet die Grundlage für die folgende Multikanal Transmissionsmessungen.

4.2.4 Multikanal Transmissionsmessungen

In diesem Abschnitt wird eine zusätzliche Messmethode eingeführt, die auf der Detektion und Modellierung des transmittierten Anteils des einfallenden Lichtbündels basiert. Im Bereich der gedruckten Elektronik existieren bereits Veröffentlichungen, in denen dargestellt wird, dass über die Absorption die Schichtdicke dünner Filme gemessen wird, so etwa Gorter et al. (2013). Dort wird ebenfalls ein Messaufbau mit diffuser Beleuchtung und telezentrischem Objektiv zur Messung gedruckter PEDOT:PSS-Schichten verwendet. Vak et al. (2015) nutzen die Absorption des Halbleiters P3HT, um das Schichtdickenwachstum sprühbeschichteter Solarzellen zu kontrollieren. Michels et al. (2009) haben über die Messung der optischen Dichte und der Absorption ein System zur Untersuchung tiefgedruckter OLED-Schichten etabliert, während Stahl (2013) die Schichtdicke über die Ab- und Zunahme der Grauwerte und einer zugehörigen Kalibrationskurve bestimmt. Außerhalb der gedruckten Elektronik zeigen Jung und Rhee (2002) einen Ansatz zur Messung der Schichtdicke schwach absorbierender Materialien auf Glaträgern bei gleichzeitiger Messung der optischen Konstanten.

Basierend auf der Tatsache, dass in einem optischen System unabhängig von der Wellenlänge immer $R + T + A = 1$ ergibt (siehe Gleichung (3.28)), kann bei bekanntem Reflexions- und Transmissionsvermögen die Absorption bestimmt werden. Diese Bestimmung funktioniert allerdings nur bei Materialien mit einem Imaginärteil des komplexen Brechungsindex, für den gilt: $\text{Im}(N) = \kappa > 0$. Die Messung via Transmission ist vor allem für photolumineszente Halbleitermaterialien von Vorteil. In den folgenden beiden Kapiteln wird die Photolumineszenz und das damit auftretende Problem bei Detektion in den

Kamerafarbkanälen beleuchtet und anschließend ein Messkonzept zur Vermeidung der Detektion des Photolumineszenzsignals durch Verwendung kamerainterner Farbfilter vorgestellt.

Um das Problem besser veranschaulichen zu können, wird hier exemplarisch das Materialsystem Superyellow verwendet. Superyellow ist, wie in Kapitel 2.1.2 beschrieben, ein photolumineszentes Material. Dass die Photolumineszenz einen Einfluss auf das detektierte Signal haben muss, zeigt Abbildung 19 b), in der Superyellow auf Glas rotationsbeschichtet und anschließend mit UV-Licht bestrahlt wurde. Es ist gut ersichtlich, dass die Photolumineszenz von der Schichtdicke abhängig ist.

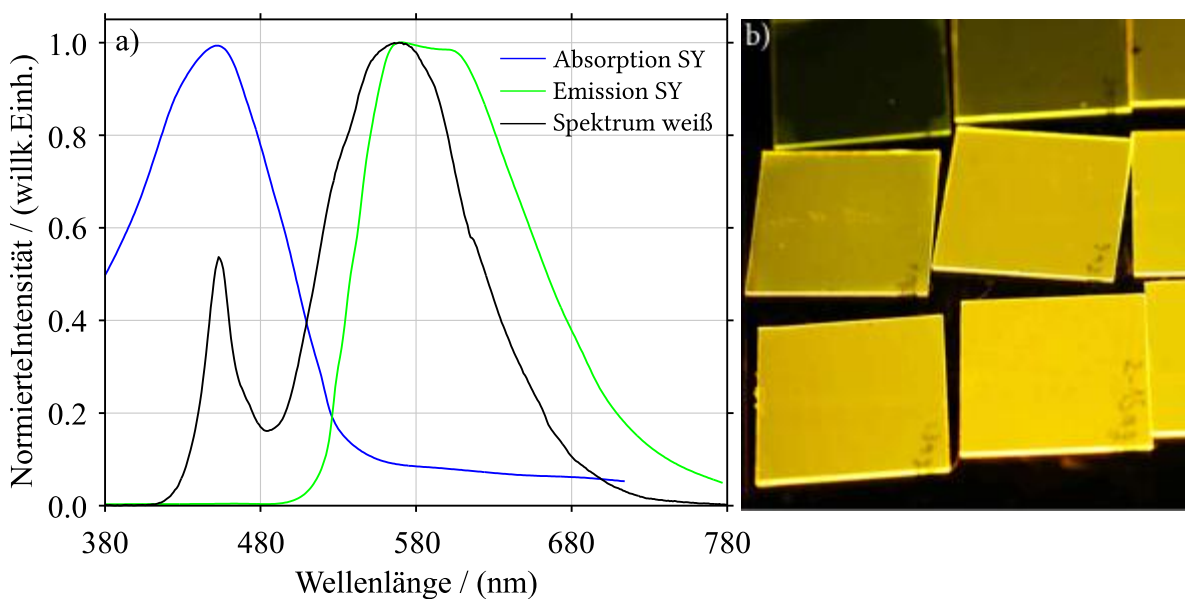


Abbildung 19: a) Absorptionsspektrum Superyellow (blau) und die niedrigerenergetischere Emission (grün). Die Daten stammen aus einer Broschüre von Merck (2015) und wurden mittels der Open-Source-Software *Engauge Digitizer* (Mitchell, Muftakhidinov & Winchen, 2018) digitalisiert. Die schwarze Kennlinie zeigt das Emissionsspektrum eines weißen LED-Panels. Es wird ersichtlich, dass sich ein Teil des Spektrums mit dem Absorptions- und Emissionsspektrum des Materials Superyellow überlagert. Die Spektren wurden alle auf ihr jeweils eigenes Maximum normiert. b) Photolumineszenz auf Glas rotationsbeschichteter Superyellow-Proben mit verschiedener Schichtdicke.

Superyellow als photolumineszentes Material absorbiert, wie in Abbildung 19 a) dargestellt, Licht im blauen Spektralbereich bis etwa 540 nm und emittiert Licht im niedrigerenergetischen gelben Spektralbereich. Wird nun Superyellow mit einem breitbandigem weißen LED-Panel (siehe Abbildung 19 a)) beleuchtet, so wird zusätzlich zu den Reflexionen die Emission des photolumineszenten Materials gemessen. Die Überlagerung des Beleuchtungsspektrums und des Emissionsspektrums sind in Abbildung 19 a) (grüne und schwarze Kennlinie) dargestellt.

Durch die Absorption ergibt sich ein neuer Ansatz zur Messung der Schichtdicke. Da die Absorption eines einfallenden Lichtstrahls bei Messung in Transmission von der Schichtdicke der absorbierenden Schicht abhängt, siehe Kapitel 3.1.1, wird im Folgenden auf Basis der Detektion des transmittierten Teils ein neues Konzept zur Messung dünner Schichten vorgestellt.⁷ Die Basis hierfür bildet das bereits dargelegte Multikanalmesssystem mit sieben verschiedenen spektral schmalbandigen Leuchtdioden, die einen Schichtstapel, wie er in Kapitel 3.2.3 und 4.2.3 vorgestellt wurde, in Durchlicht beleuchten. Der transmittierte Teil wird anschließend über einen RGB-Sensor detektiert. Das Messprinzip ist in der folgenden Abbildung 20 a) dargestellt.

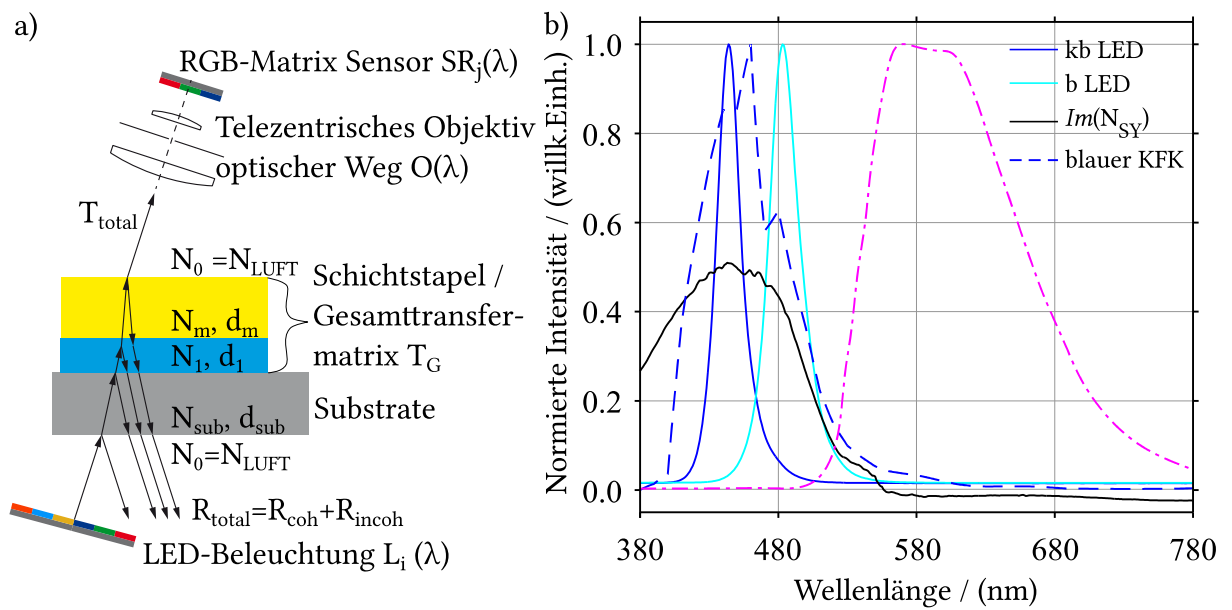


Abbildung 20: a) Konzept der Multikanal Transmissionsmessung. Der mehrlagige Schichtstapel wird mit einer multispektralen Lichtquelle durchleuchtet. Das transmittierte Signal wird durch das telezentrische Objektiv auf den RGB-Matrix Sensor abgebildet. b) Es ist eine Überlagerung des Beleuchtungsspektrums, des Extinktionskoeffizienten⁸ von Superyellow und des blauen Kamerafarbkanaals zu sehen, um das Konzept der Filteranordnung zu verdeutlichen. In Magenta ist das Emissionsspektrum, in Schwarz der Imaginärteil des Brechungsindex von Superyellow, in Königsblau und Blau das Spektrum der blauen LED-Kanäle und in gestricheltem Blau die Empfindlichkeit des blauen Kanals des RGB-Matrix Sensors dargestellt. Es ist deutlich zu sehen, dass das Emissionsspektrum außerhalb des Detektions- und Beleuchtungsbereiches liegt.

Durch die Anordnung und die Auswahl der passenden LED-Spektren kann in Kombination mit einem RGB-Detektor eine Filteranordnung realisiert werden, die das Photolumineszenzsignal herausfiltert und somit eine Schichtdickenmessung über Absorption ermöglicht. Um das Messprinzip zu verdeutlichen, sind in Abbildung 20 b) die Beleuchtungsspektren der königsblauen (kb) und blauen (b) LEDs, der Imaginärteil des

⁷ Eine Transmissionsmessmethode auf Basis einer breitbandigen, weißen LED-Beleuchtung wurde bereits von Braig (2015) und Stahl (2013) vorgestellt.

⁸ Der komplexe Brechungsindex wurde detailliert in der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Braig (2015) bestimmt und wird im weiteren Verlauf vom Autor verwendet.

Brechungsindex $Im(N_{SY})$ des Materials Superyellow sowie der Verlauf des blauen Kamerafarbkanals (blauer KFK) einer Canon EOS 6D aufgetragen. Das von den blauen LEDs ausgestrahlte Licht wird gemäß des Absorptionsgesetzes (Kapitel 3.1.1) in der Schicht absorbiert. Der Intensitätsabfall ist dabei direkt proportional zur Dicke der applizierten Schicht. Die Restintensität des transmittierten Lichtbündels wird vom Sensor im blauen Kamerafarbkanal detektiert. Durch den Einsatz der blauen Lichtquellen und des schmalbandigen kamerainternen blauen Filters wird verhindert, dass durch Photolumineszenz emittiertes Licht zeitgleich detektiert wird und die Messung verfälscht. Die vom Sensor in Graustufensignale umgewandelte Intensität ist somit unter Vernachlässigung der Interferenz direkt proportional zur Schichtdicke.

Dieses Messkonzept funktioniert allerdings nur bei absorbierenden Schichten. Da bei Durchlicht durch ein transparentes Substrat mit endlicher Dicke, das deutlich dicker als die Kohärenzlänge des Lichtes der Beleuchtung ist ($d_{sub} \gg l_x$), die Informationen aus der Dünnschichtinterferenz aus Reflexionen höherer Ordnung stammen, lassen sich mittels Transmission nur bedingt Schichtdickeninformationen durch Interferenz sammeln.

Im Folgenden wird die Berechnungsmethode formal hergeleitet. Das Grundkonzept des optischen Modells bleibt identisch. Es werden auf Basis des Schichtstapels das Reflexions- R_{Total} und das Transmissionsvermögen T berechnet und die Pixelantwort nach dem in Kapitel 3.2.3 vorgestellten Modell (Gleichungen 3.56 - 3.62) modelliert. Für photolumineszente Materialien muss ein Zusatzterm $F(\lambda)$ berücksichtigt werden, der den Verlauf des Emissionsspektrums der bestrahlten photolumineszenten Schicht wiedergibt. Wird die Antwort eines Pixels modelliert, so ergibt sich analog zu den Gleichungen 3.56 -3.62 bei Transmissionsmessung eines photolumineszenten Materials folgender Term:

$$A_{ij\ m}^{xy} = I_{const_i}^{xy} O_{const_{ij}}^{xy} \int_{380\ nm}^{780\ nm} SR_j(\lambda) L_i(\lambda) O_{ij}(\lambda) T(d_m^{xy}, \lambda, N_m) + F(\lambda) O_{ij}(\lambda) SR_j(\lambda) d\lambda \quad (4.1)$$

Die Antwort des Pixels $A_{ij\ m}^{xy}$ an der Position x, y setzt sich aus den verschiedenen optischen Teilkomponenten zusammen. $L_i(\lambda)$ beschreibt das Spektrum der Beleuchtung, $SR_j(\lambda)$ die spektrale Empfindlichkeit im Kamerafarbkanal j . $T(d_m^{xy}, \lambda, N_m)$ stellt die berechnete Transmission des Schichtstapels bestehend aus m unterschiedlichen Schichten mit zugehörigem Brechungsindex N_m bei Beleuchtung mit Licht der Wellenlänge λ dar.

Es gilt für den zusätzlich zum eigentlichen Signal auftretenden Term $F(\lambda) O_{ij}(\lambda) SR_j(\lambda) \rightarrow 0$, sofern eine geeignete Filterung stattfindet. Dadurch wird das Signal, welches durch die

photolumineszente Antwort des Materials $F(\lambda)$ entsteht, herausgefiltert. Es vereinfacht sich die Pixelantwort, so dass die bereits vorgestellte Kontrastwertmethode verwendet werden kann. Die weitere Vorgehensweise zur Berechnung der möglichen Schichtdicken sowie die Minimierung der euklidischen Distanz sind identisch zur Messung in Reflexion.

Durch die Abnahme der Intensität mit steigender Schichtdicke bei absorbierenden Materialien entsteht ein weiterer Vorteil bei Messung in Transmission. Durch die Absorption werden Mehrdeutigkeiten in den Kontrastwerten vermieden. Eine eindeutigere Zuordnung über breite Bereiche der Schichtdicke ist dadurch möglich. Um die Vorteile der Messung über Transmission zu verdeutlichen, wird eine Schicht Superyellow auf Glas gemessen. Die Superyellowschicht wurde aus Lösung rotationsbeschichtet. Die Konzentration des Superyellow in Lösung betrug $5 \frac{mg}{ml}$, der Brechungsindex stammt aus der vom Autor betreuten Arbeit von Braig (2015).

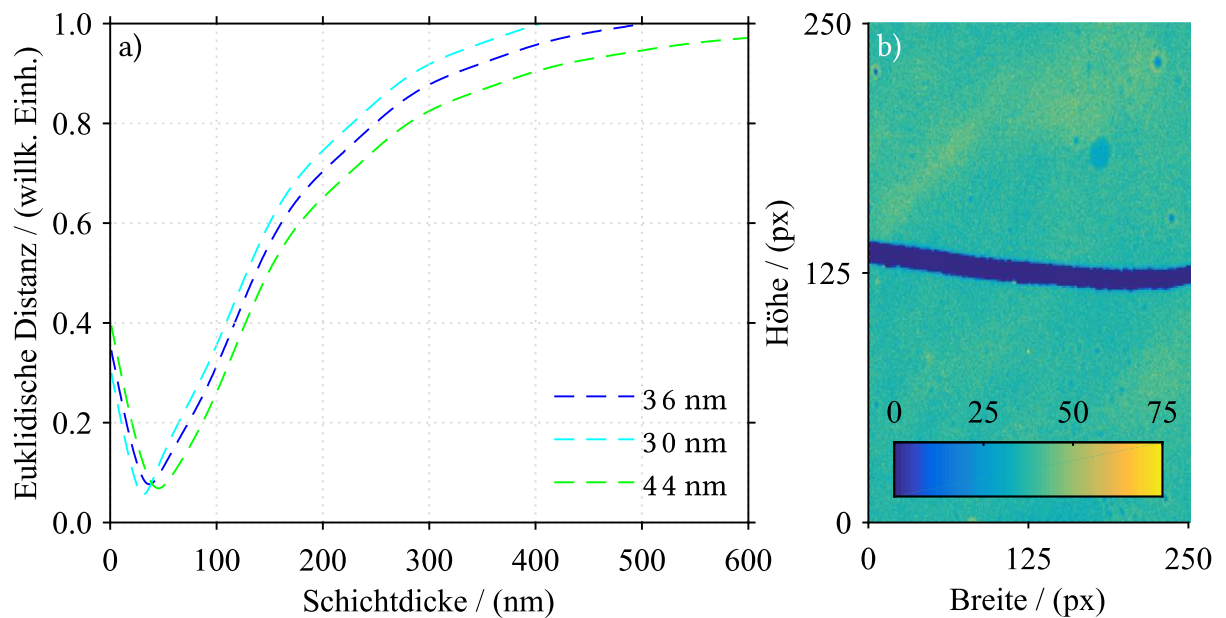


Abbildung 21: a) Euklidische Distanz zwischen dem gemessenen experimentellen Kontrastwert und den theoretischen Kontrastwerten, aufgetragen gegen die Schichtdicke dreier verschiedener Schichtdicken. Aufgrund der Absorption sind die Minima über ein breites Schichtdickenintervall $d_{m,q} = 1, \dots, 600 \text{ nm}$ eindeutig, es entstehen keine Mehrdeutigkeiten, die eine Falschzuordnung entstehen lassen würden. b) Ausschnitt aus dem Schichtdickenprofil einer rotationsbeschichteten Superyellow-Schicht. In der Mitte ist der mittels Skalpell eingebrachte Kratzer zu sehen.

In Abbildung 21 a) ist die euklidische Distanz der experimentellen Kontrastwerte der Schichtdicken 30 nm , 36 nm und 44 nm und der theoretischen Kontrastwerte für Schichtdicken im Bereich $d_{m,q} = 1, \dots, 600 \text{ nm}$ zu sehen. Deutlich zu erkennen sind die drei Minima bei 30 nm , 36 nm und 44 nm . Abbildung 21 b) zeigt die berechnete Schichtdicke einer Superyellow-Probe auf Glas. Gut zu sehen ist der mittige Kratzer, der mit einer

Schichtdicke von $d = 0 \text{ nm}$ korrekt zugeordnet wurde. Durch die Messung der Absorption mittels transmittierter Intensität ist die Zuordnung der theoretischen Kontrastwerte eindeutiger als vergleichbare Reflexionsmessungen (siehe Abbildung 16). Die euklidische Distanz für ein berechnetes Schichtdickenintervall von $d_{m,q} = 1, \dots, 600 \text{ nm}$ und drei unterschiedliche Punkte aus einer Probe zeigen eine zuverlässige Minimierung über ein breites Intervall bei Schichtdicken von $d = 30 \text{ nm} - 50 \text{ nm}$, mit eindeutigen globalen Minima, wie in Abbildung 21 a) dargestellt. Die Berechnung ist somit robust und führt zu zuverlässigen Schichtdickenbestimmungen, siehe Abbildung 21 b).

Die Schichtdickenmessung absorbierender Materialien über Transmission hat sich als stabil herausgestellt, da die Absorption die Zuordnung der theoretischen Kontrastwerte eindeutig macht. Das führt dazu, dass im Gegensatz zur Messung in Reflexion nicht mehrere Minima in der euklidischen Distanz mit ähnlicher Tiefe existieren. Absorbierende Schichten können materialabhängig über einen größeren Schichtdickenbereich gemessen werden als transparente Materialien mit $\text{Im}(N) = \kappa = 0$ in Reflexion. Dort führen früh einsetzende Mehrdeutigkeiten zu einer materialabhängigen Limitierung in der maximal messbaren Schichtdicke. Dass die Messmethode auch für weitere Materialsysteme funktioniert, ist in der folgenden Abbildung 22 dargestellt.

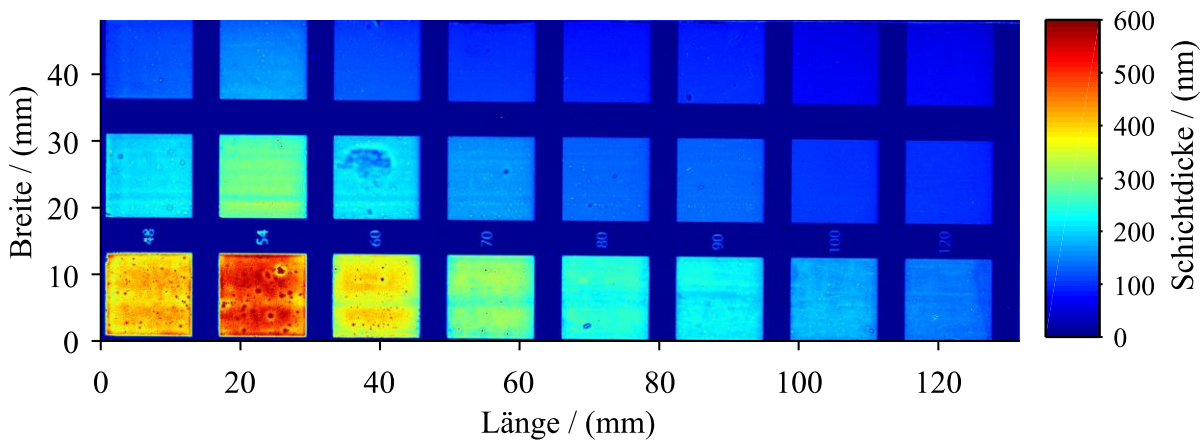


Abbildung 22 Beispiel eines photolumineszenten Materials, welches gedruckt und gemessen wurde. Die EtHEX⁹-Schicht wurde mittels Tiefdruck auf ITO-Folie aufgebracht und anschließend in Transmission charakterisiert. Die Schichtdicken gehen von $d = 0 \text{ nm} - 600 \text{ nm}$. Zwischen den gedruckten Feldern mit unterschiedlichen Schichtdicken ist das Substrat mit $d = 0 \text{ nm}$ zu sehen.

Die Abbildung zeigt eine tiefgedruckte 2-Ethylhexyloxy (EtHEX)-Schicht, die auf ITO-Folie aufgebracht und anschließend in Transmission gemessen wurde. Durch die

⁹ 2-Ethylhexyloxy ist ein sogenanntes Poly(*para*-Phenyleneethynylen). Das Material wurde am Organisch Chemischen Institut Heidelberg von Emanuel Smarsly synthetisiert und in Zusammenarbeit gedruckt. Die Messung der Schichtdicke erfolgte in Transmission. Mehr Informationen zu PPEs sind in den Veröffentlichungen von Markl et al. (2014); Smarsly, Daume, Braig et al. (2018) zu finden.

Charakterisierung in Transmission im Absorptionsband des Halbleiters entsteht eine robuste Zuordnung der Schichtdicke über einen breiten Schichtdickenbereich von $d_q = 0, \dots, 600 \text{ nm}$. Auch die Substraterkennung ($d_q = 0 \text{ nm}$) ist fehlerfrei, Mehrdeutigkeiten sind nicht zu erkennen.

Die in den Kapiteln 4.2.1 bis 4.2.4 vorgestellten Multikanal-Reflexions- und Transmissionsmessungen können dazu verwendet werden, sukzessive verschiedene Materialien, die schichtweise aufgebracht werden, zu messen.

4.2.5 Konzept zur Messung mehrlagiger Schichtstapel

Um die Schichtabfolge sukzessiv nach jedem Prozessschritt messen zu können, wird im Folgenden eine Messvorschrift und die zugehörige mathematische Beschreibung hergeleitet. Prinzipiell geht die in den Kapiteln 3.2.3, 4.2 und hier vorgestellte Methode sowohl bei Messung in Transmission und Reflexion, als auch in der Multikanalmessung davon aus, dass die Schichtdicken der Schichten $1, \dots, m-1$, die der zu messenden Schicht m unterliegen, homogen mit einer einheitlichen Schichtdicke d_1, \dots, d_{m-1} im Reflexionsvermögen R der theoretischen Kontrastwerte berücksichtigt werden. Das ist eine näherungsweise vertretbare Annahme für Dünnschichten, die über Vakuum- oder Sputterprozesse aufgetragen werden, da diese hinsichtlich der Güte der Homogenität sehr gut sind (Baía, Quintela, Mendes, Nunes & Martins, 1999). Bei gedruckten Schichten ist diese Annahme allerdings nicht mehr gültig. Die Schichten können Welligkeiten und andere Störungen enthalten, die dazu führen, dass Modell und experimentelle Daten nicht mehr übereinstimmen. Aus diesem Grund wird die folgende Mehrschichtmessung auf Basis der unterliegenden Schichtdickenprofile sowie deren Position vorgestellt. Der Ablauf der Berechnung der obersten Schicht eines Mehrschichtstapels ist in Abbildung 23 dargestellt. Die Berechnung benötigt die Schichtdickenprofile und die Positionsdaten im Bild aller unterliegenden Schichten S_1, \dots, S_{m-1} , siehe ①. Da die gemessenen Profile keine vollständige Überlappung aufweisen müssen, wird aus den Positionsdaten die Schnittmenge D aller Schichten bestimmt. Diese Menge D enthält alle vorhandenen Tupel an sukzessiv auftretenden Schichtdicken an den überlappenden Positionen, siehe ②-③. Es entsteht eine Matrix, die als Einträge die Schichtdickeninformationen aus S_1, \dots, S_{m-1} an Position k, l enthält, siehe ④. Durch den MATLAB-Befehl *unique* wird die Menge M aller einzigartigen Schichtdickenkombinationen $T_{k,l}$ erzeugt, siehe ⑤. Die Menge M_w aller Tupel bildet die Grundlage für die Berechnung des ortsabhängigen Reflexions- und Transmissionsvermögens der theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$ für die oberste Schicht $d_{m,q}$ im Intervall $q = 1, \dots, r$.

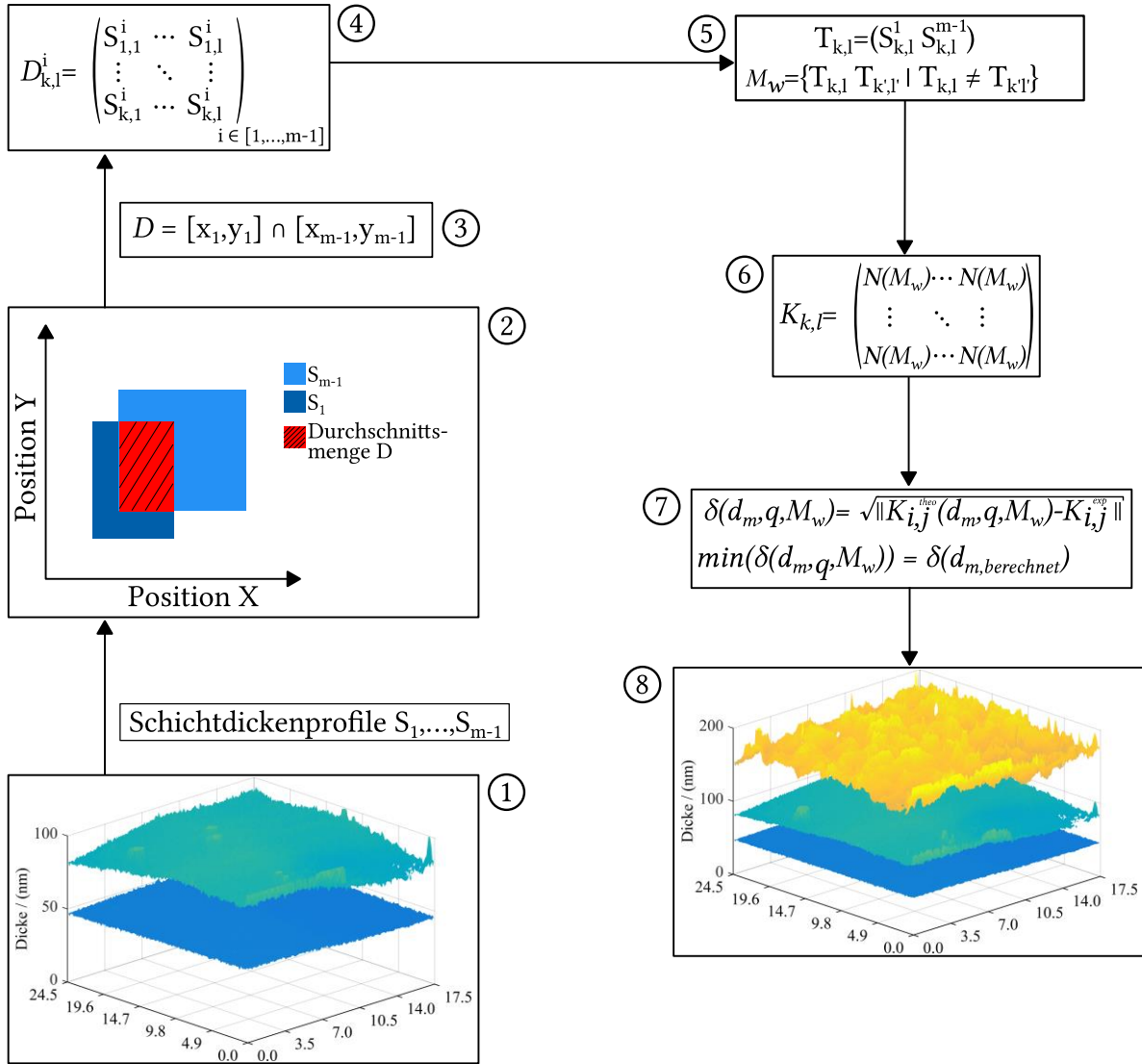


Abbildung 23: Ablaufdiagramm der Berechnung einer Mehrschichtmessung. Die Berechnung besteht aus acht verschiedenen Schritten, die sukzessive ausgeführt werden. Als Grundvoraussetzung müssen die Schichtdickenprofile aller unterliegenden Schichten sowie deren Position in den Bilddaten bekannt sein.

Anschließend werden für alle einzigartigen Schichtdickenkombinationen die theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$ berechnet. Durch den MATLAB-Befehlssatz *unique* kann die somit entstandene Menge der theoretischen Kontrastwerte N_k auf die Ursprungsmatrix zurückgefaltet werden. Es entsteht eine Matrix $K_{k,l}$ mit den ursprünglichen Abmessungen, die positionsgenaue theoretische Kontrastwerte auf Basis der gemessenen Schichtdicken enthält, siehe ⑥. Somit kann die euklidische Distanz für jeden experimentellen Kontrastwert auf Basis der vorhandenen theoretischen Kontrastwerte unter Berücksichtigung der unterliegenden Schichtdicken positionsgetreu minimiert werden, siehe ⑦. Die minimierte euklidische Distanz aus dem experimentellen Kontrastwert an der Position k, l und den einzigartigen theoretischen Kontrastwerten an der Position k, l in der Matrix $K_{k,l}$ ergeben die Schichtdicke der obersten Schicht an dieser Position.

Diese Mehrschichtmessungen sind zwar deutlich genauer, da theoretisches Reflexions- und Transmissionsvermögen auf Basis der unterliegenden Schichtdicken berechnet und pixelgenau mit den experimentellen Daten abgeglichen werden. Allerdings ist die Mehrschichtberechnung deutlich zeitintensiver, da abhängig von den unterliegenden Schichtdickenprofilen ein Vielfaches an theoretischen Kontrastwerten berechnet werden muss. Für Felder in der Größenordnung $440 \text{ Pixel} \times 440 \text{ Pixel}$ bei drei unterliegenden Schichtdickenprofilen dauern die Berechnungen der theoretischen Kontrastwerte bei Verwendung mehrerer CPU-Kerne bis zu 9500 s.

Um die im vorherigen Kapitel beschriebenen Verbesserungen MCICR, MCTM und Mehrschichtmessung umzusetzen, sind die Neukonstruktion und Auslegung des optischen Aufbaus notwendig. Die im Folgenden vorgestellte letzte Entwicklungsstufe V des Messaufbaus zeigt die Integration der weiterentwickelten Multikanalbeleuchtung und verschiedener Messtechnikkomponenten. Dieser Aufbau basiert auf den Erfahrungen der vorhergegangenen Entwicklungsstufen I bis IV. Er ist eine völlige Neukonstruktion und besteht aus optischen Komponenten, die im Folgenden dargestellt und charakterisiert werden. Zunächst wird auf die Gesamtkonstruktion sowie den Strahlengang eingegangen, gefolgt vom Aufbau der Beleuchtung, deren elektrischer Schaltung und der Ansteuerung der einzelnen Komponenten durch MATLAB®. Anschließend wird die Entwicklung der elektronischen Bilddaten erklärt und der Messaufbau charakterisiert.

4.2.6 Messaufbau

Der Messaufbau besteht im Wesentlichen aus sieben Komponenten, die die Lage der Probe zur Beleuchtung und zur Kamera und den Strahlengang definieren. Zur Definition der Probenlage gehören neben einer Probenhalterung für verschiedene Probenmaße auch das Grundgerüst des Messaufbaus sowie ein Strahlteiler, der über der Probe im 45° Winkel zur Probenebene angebracht ist. Um die Proben in Reflexion beleuchten und in Transmission durchleuchten zu können, sind zwei baugleiche Beleuchtungseinheiten angebracht. Die Beleuchtungseinheit für die Transmission liegt zentral unter der Probenhalterung, die Beleuchtungseinheit für die Beleuchtung in Reflexion ist im 90° Winkel zur Probe und im 45° Winkel zum Strahlteiler befestigt. Somit kann die Probe unter einem 0° -Winkel beleuchtet werden - ein zentraler Bestandteil der Messtechnik, da dadurch das beschriebene optische Modell polarisationsunabhängig wird und somit einfacher in der Berechnung ist. Neben der Beleuchtung ist das optische System zur Aufnahme der Bilddaten ein weiterer zentraler Bestandteil des Messaufbaus. Das optische System besteht aus einem telezentrischen Objektiv OE TC 16M 144-F der Firma OPTO Engineering, welches speziell für Matrixdetektoren mit einem Format von $36 \text{ mm} \times 24 \text{ mm}$ entworfen wurde (Opto Engineering, 2018). Die effektive Blende beträgt $F16$, der Arbeitsabstand $397,4 \text{ mm}$. Das zu

messende Objekt muss sich innerhalb einer 3 % Toleranz ($\pm 5,96 \text{ mm}$) um den Arbeitsabstand befinden, damit eine maximale Schärfe und eine minimale Verzeichnung laut Hersteller garantiert sind. Alle weiteren Daten, wie Verzeichnung und Messprotokoll des Objektivs, sind im Anhang auf S. 183 zu finden.

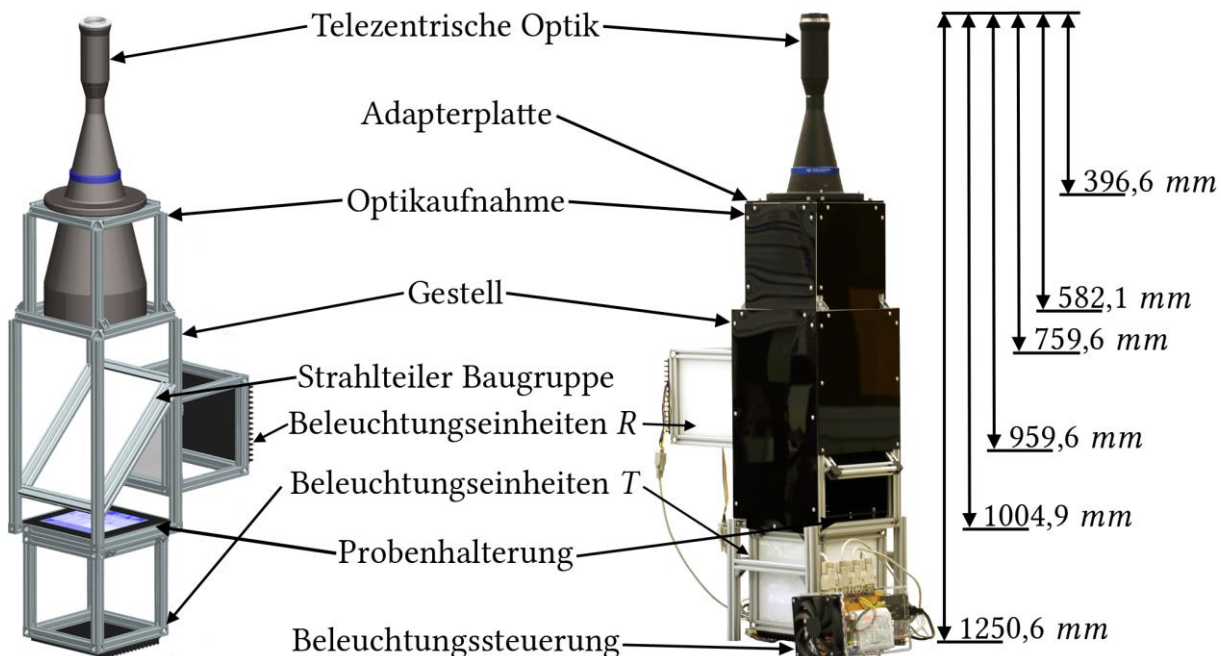


Abbildung 24: Links ist der in Siemens PLM Software NX 10 designte Messaufbau zu sehen, rechts die umgesetzte Variante. Die telezentrische Optik als zentrales Element sitzt auf einem angefertigten Profilquader, der auf das Grundgerüst aufgesetzt wird. Der Sensor in Form unterschiedlicher DSLR-Modelle sitzt mittels eines Bajonettverschlusses auf der Optik. Der mittig sitzende Strahlteiler kann bei Bedarf und zur Reinigung entnommen werden. Die Beleuchtungen *R* und *T* erzeugen einen senkrechten Lichteinfall auf die Probe. Zur besseren Übersicht ist die CAD-Zeichnung ohne Seitenwände und Streulichtschutz dargestellt. Eine detaillierte Konstruktionszeichnung ist im Anhang zu finden.

Abbildung 24 zeigt den im Rahmen dieser Arbeit entwickelten und umgesetzten Messaufbau zur Messung dünner Filme auf Substraten mittels Detektion der reflektierten oder transmittierten Lichtstrahlen. Die telezentrische Optik sitzt auf einer Adapterplatte aus Plexiglas, die es ermöglicht, die Optik mit angeflanschem Sensor um die Optikachse zu drehen. Die Adapterplatte ist notwendig, da der Sensor aufgrund des Bajonettadapters F-Mount auf EOS-Mount nicht mehr passend zu den Befestigungsbohrungen der Optik sitzt. Die Adapterplatte gewährleistet eine verdrehungsfreie Bilddatenaufnahme. Die Optik mit Adapterplatte ist auf einem Gerüst aus Aluminiumprofilen der Firma Bosch Rexroth mit Querschnitt $20 \text{ mm} \times 20 \text{ mm}$ (Bosch Rexroth AG, 2017b), die über passende Winkel (Bosch Rexroth AG, 2017c) auf das Grundgerüst geschraubt werden, befestigt. Das wird benötigt, da die Optik aufgrund ihres Gewichts von 7 kg gegen ein Durchrutschen auf den Strahlteiler gesichert werden muss.

Der Strahlteiler sitzt in einem eigenen Rahmen, der auf der Innenseite mit Einfassprofilen versehen ist, um ihn gegen Erschütterung zu schützen. Zusätzlich ist der Rahmen mitsamt Strahlteiler herauschiebbar, um eine einfachere Reinigung durchführen zu können. Ein weiterer Vorteil ist die Messung in Transmission ohne zusätzliche optische Komponenten. Damit sich die Strahlteiler-Baugruppe bewegen lässt, mussten spezielle Gleitschienen konstruiert werden. Diese ermöglichen das Verschieben der Baugruppe gegenüber der im 45° Winkel angebrachten Verstrebung im Messaufbau. Zusätzlich mussten neuartige Würfelverbinder entwickelt werden, die es erlauben, den Strahlteiler über die Gleitschienen zu schieben.

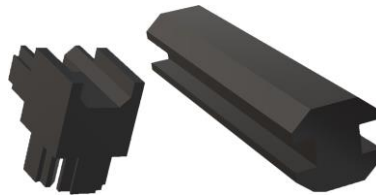


Abbildung 25: Würfelverbinder (links) und Gleitschiene (rechts). Beide Komponenten werden benötigt, um den Strahlteiler mechanisch bewegen zu können. Die Bauteile wurden in Siemens PLM NX 10 erstellt.

Die in Abbildung 25 dargestellten Bauteile wurden in Siemens PLM NX 10 designt und anschließend mittels eines Fused-Filament-Fabrication-Verfahrens 3D-gedruckt. Die Bauteile benötigten danach eine Oberflächennachbehandlung, um das Gleiten der Strahlteiler-Baugruppe zu ermöglichen. Der 50 / 50-Strahlteiler von Edmund Optics mit den Maßen $254\text{ mm} \times 356\text{ mm}$ ist für einen Wellenlängenbereich von $400\text{ nm} - 700\text{ nm}$ ausgelegt. Der Anteil des reflektierten und transmittierten Lichts ist wellenlängenabhängig, kann aber aufgrund des Messkonzepts auf Basis der Kontrastwerte vernachlässigt werden. Allerdings führt der hier verwendete Strahlteiler, wie im Verlauf des Kapitels gezeigt wird, zu so genannten Geisterbildern. Diese lassen sich aufgrund des Strahlteileraufbaus nicht verhindern und stammen von Mehrfachreflexionen an der Rückseite des Strahlteilers (Edmund Optics, 2018b). Es gibt zwar so genannte Pellicle-Strahlteiler, die aufgrund ihrer Bauart nicht zur Geisterbilderbildung neigen, diese sind aber nicht in der passenden Größe und Bauform erhältlich und deshalb keine Alternative.

Auf den Strahlteiler folgt der Aufbau zur Probenpositionierung. Die Probenhalterung ist aus 4 mm starkem Polymethylmethacrylat (PMMA) gefertigt, welches per Laser bearbeitet wurde. Die Probenhalterung besteht aus zwei wesentlichen Komponenten: dem eigentlichen Halter und einem Dreibein zur Nivellierung der Halterung.

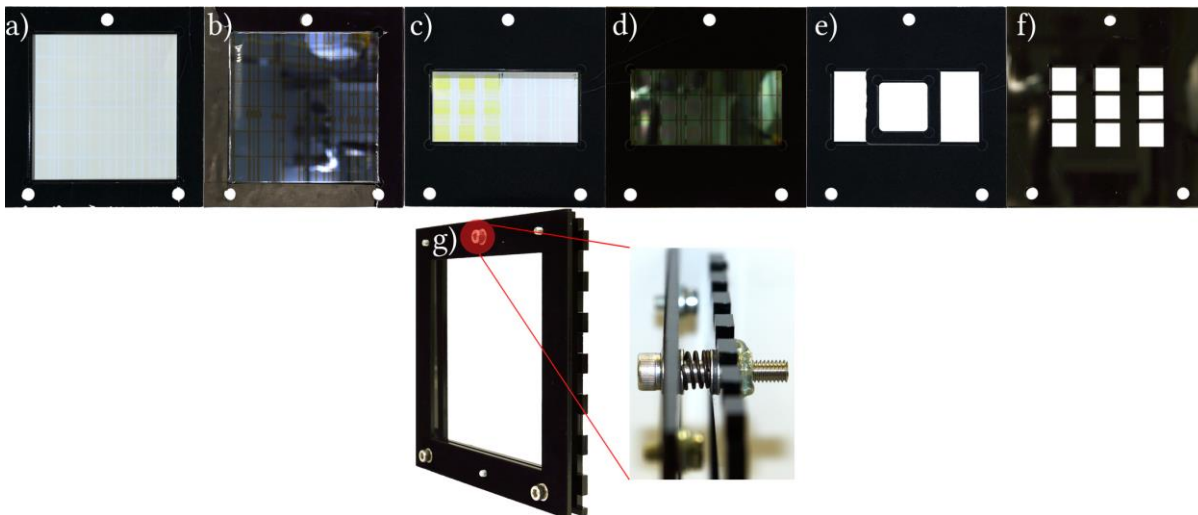


Abbildung 26: a-f) Verschiedene Halter zur Messung verschiedener Probengrößen in Transmission und Reflexion. Die Probengrößen betragen von links nach rechts: $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$, $75\text{ mm} \times 75\text{ mm}$, $50\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ und $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$. Abbildung g) Aufbau der Probenhalterung bestehend aus einer Grundplatte und einer Dreipunktauflage zur Nivellierung der Probenlage. Die Nivellierung erfolgt über drei Rändelschrauben, die mit einer innenliegenden Feder verspannt werden.

Abbildung 26 a-f) zeigt die verschiedenen Haltertypen, die für verschiedene Probentypen ausgelegt sind. Es sind jeweils beide Halter sowohl für Transmissions-, als auch für Reflexionsmessungen dargestellt. Die maximal zu vermessende Probengröße beträgt von links nach rechts $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$, $75\text{ mm} \times 75\text{ mm}$, $50\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ und $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$. Abbildung 26 g) zeigt die Konzeptionierung der Dreipunktnivellierung. Dabei wird die obere Platte mittels einer Schraube und einer Feder zwischen der oberen und der unteren Platte gegen die untere Platte verschraubt. Die Feder setzt die Konstruktion unter Spannung. Somit kann mittels Rändelschraube der Abstand zwischen den Platten eingestellt werden. Durch die drei Schrauben-Feder-Elemente lässt sich die Neigung der oberen Platte einstellen. Die obere Platte ist zusätzlich mit drei Stiften versehen, um die Halter wiederholgenau aufsetzen zu können. Das ist notwendig, um für Schichtdickenmessungen pixelgenau die gleiche Position der Probe gegenüber der Referenz zu gewährleisten. Gerade bei strukturierten Substraten spielt die Positionierung eine große Rolle.

Ein ähnliches Nivellierungskonzept wurde bereits in der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Stamm (2017) verwendet, um die Toleranz gegenüber einer Verkipfung der Probe im Messaufbau zu untersuchen. Die Ergebnisse haben gezeigt, dass bis zu einer Verkipfung von 3° keine nennenswerten Einflüsse auf die Messgenauigkeit entstehen. Das telezentrische Objektiv besitzt aufgrund seiner optischen Auslegung eine deutlich höhere Anforderung an die Positionierung der Probe.

Neben dem optischen Aufbau ist die Beleuchtung ein zentraler Bestandteil des Messverfahrens und -aufbaus. In diesem Aufbau werden sowohl für Messungen in Transmission, als auch für Messungen in Reflexion zwei baugleiche, aber unterschiedlich angebrachte Beleuchtungseinheiten *R* und *T* verwendet. Die Beleuchtung *T* für Transmission sitzt zentral unter dem Substrat mit einem Abstand von ca. 1 cm.

Abbildung 27 zeigt den Aufbau einer Beleuchtungseinheit. Grundlegend besteht die Beleuchtungseinheit aus einem 7-Farb-LED-Panel und einer im Abstand von 200,5 mm angebrachten Streuscheibe. Dieser Mindestabstand hat sich als notwendig erwiesen, um ein weitestgehend homogenes Auskopplungsbild der LEDs zu erreichen. Die Streuscheibe aus dem Material PLEXIGLAS® Satinice Farblos 0D010 DF wurde von Evonik PLEXIGLAS® bezogen und besitzt einen mittleren Transmissionsgrad laut Herstellerangaben von ca. 83 % (Evonik Performance Materials GmbH, 2018). Als Gerüst wurden Aluminiumprofile der Firma Bosch Rexroth mit Querschnitt 20 mm x 20 mm verwendet. Die Seitenverkleidung und die Streuscheibe wurden mittels Einfassprofilen (Bosch Rexroth AG, 2017a) eingepasst. Die Strebenprofile wurden per dreifach Würfelverbinder (Bosch Rexroth AG, 2017d) miteinander verbunden.

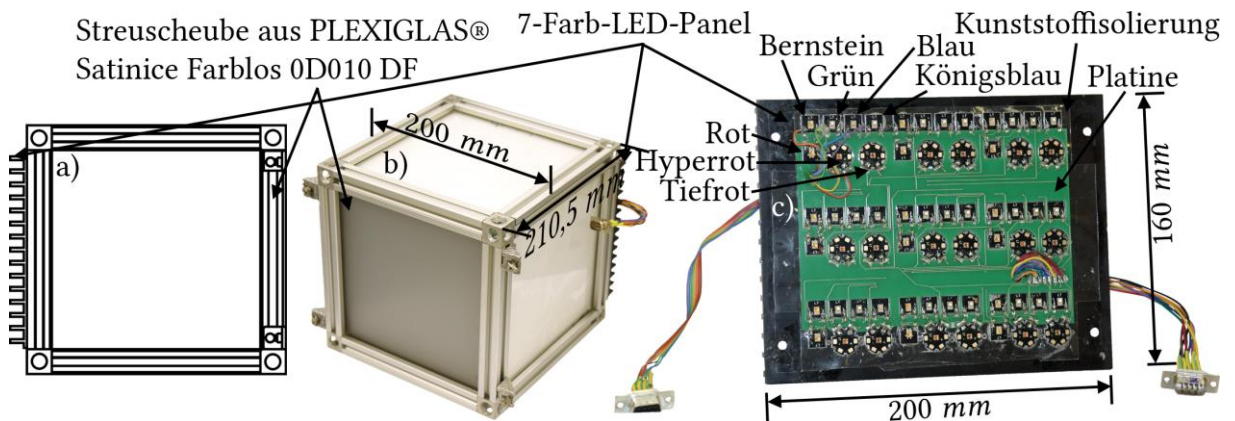


Abbildung 27: a) Querschnitt durch die Beleuchtungseinheit. b) Isometrische Ansicht der Beleuchtungseinheit. Zu sehen sind die Streuscheibe und das Gehäuse aus Aluminiumprofilen. Die Seitenverkleidungen sind über Einfassprofile integriert. Auf der Rückseite sitzt das 7-Farb-LED-Panel. c) Aufbau des 7-Farb-LED-Panels. Das Panel besteht aus sieben verschiedenen LEDs, die zweireihig in einer 3 x 3 Matrix in Einheiten angeordnet sind. Die Reihenschaltung der LEDs einer Farbe über alle Einheiten erfolgt mittels der speziell angelegten Platine. Um einen Kurzschluss zu verhindern, ist zwischen Platine und Kühlkörper eine isolierende PET-Folie aufgeklebt.

Das Kernelement der Beleuchtungseinheit ist das 7-Farb-LED-Panel, dargestellt in Abbildung 27c). Das LED-Panel besitzt die Außenmaße 160 mm x 200 mm, die durch die Größe des Kühlkörpers vorgegeben sind. Der Profilkühlkörper ist aus Aluminium gefertigt und schwarz eloxiert (Conrad Electronic SE). Um eine homogene Abstrahlcharakteristik der LEDs zu gewährleisten, war es notwendig, die sieben Farben auf eine quadratische Fläche mit 3 x 3

Feldern zu verteilen. Jedes dieser Felder enthält dabei eine LED unterschiedlichen Spektrums. Die Farben der LEDs gehen von Königsblau, Blau, Grün, Bernstein, Rot Hyperrot bis hin zu Tieftrot. Eine weiße Beleuchtung wird durch gleichzeitiges Beschalten der Farben Blau, Grün und Rot erreicht.

Tabelle 1: Übersicht über die verwendeten Leuchtdioden und deren Peakwellenlänge im Leuchtspektrum und die über die Reihenschaltung abfallende Spannung einer Farbe. Die Wellenlängen und Spannungen sind den Datenblättern entnommen.

LED-Beleuchtung	Wellenlänge / (nm)	Spannung / (V)
Lumiled LXML PR01-0425, Königsblau	447	28,70
Lumiled LXML PB01-0040, Blau	470	30,00
Lumiled LXML PM01-0100, Grün	530	26,70
Lumiled LXML PL01-0040, Bernstein	590	33,80
Lumiled LXML PD01-0040, Rot	627	36,80
Osram Oslon SSL 80 LH CP7P-2T3T, Hyperrot	660	22,10
Weiß (Blau, Grün, Rot)	470, 530, 627	93,50

Tabelle 1 zeigt eine Übersicht der verwendeten Leuchtdioden der Hersteller OSRAM und Lumiled (Lumileds Holding B.V.; OSRAM Opto Semiconductors GmbH) und deren Wellenlänge im Maximum des Leuchtspektrums. Der Prozess zum Aufbringen der LEDs sowie die Entwicklung der Platine wurden im Rahmen eines vom Autor betreuten Forschungspraktikums durchgeführt (Jung, 2016). Um die LEDs reproduzierbar auf dem Kühlkörper mittels Wärmeleitkleber aufzubringen, wurde eine passgenaue Schablone aus PMMA per Laser angefertigt. Anschließend wurde eine 125 μm starke PET-Folie per Laser ausgeschnitten und zum Zwecke der elektrischen Isolation zwischen Platine und Kühlkörper aufgeklebt. Die Platine wurde aufgelegt und die LEDs mit der Platine verlötet. Da jede Farbe an sich eine eigene Reihenschaltung bildet, müssen die 7-Farb-LED-Panels mittels Steckverbinder an die Steuerelektronik angeschlossen werden. Dazu werden 9-Pin-D-Sub-Stecker verwendet. Die so zusammengesetzte Beleuchtungseinheit bildet ein Kernelement der Multikanal-Transmissionsmessung. Ähnliche Beleuchtungsaufbauten sind in der Bildverarbeitung, speziell für die spektrale Rekonstruktion, bereits bekannt und kommen dort häufig in Kombination mit Multispektralkameras zum Einsatz (Park et al., 2007; Shrestha & Hardeberg, 2013), sind aber auch für klassische Beleuchtungszwecke denkbar (Mohanto, 2015). Eine weit verbreitete Anwendung verschiedener Beleuchtungs-Sensorkombinationen sind die so genannten multispektralen Bildgebungsverfahren. Dabei werden mit mehreren Beleuchtungen eine Reihe an Bildern aufgenommen und anschließend die Informationen aus

den einzelnen Kanälen dazu verwendet, Proben hinsichtlich verschiedenster Eigenschaften zu charakterisieren. Die Bandbreite der Einsatzmöglichkeiten umfasst dabei die Lebensmittelinspektion (Cho et al., 2018; Feng, Makino, Oshita & García Martín, 2018; Qin, Chao, Kim, Lu & Burks, 2013; Ropodi, Panagou & Nychas, 2018; Sendin, Manley & Williams, 2018), medizinische Anwendungen, wie etwa die Klassifizierung von Brandwunden (Eisenbeiß, Marotz & Schrade, 1999), umweltphysikalische Fragestellungen, die satellitengestützt ausgewertet werden (Kargel et al., 2005), kriminaltechnische Untersuchungen (Yang & Messinger, 2018; Zapata, López-López, Amigo & García-Ruiz, 2018) sowie Farbmessungen im industriellen Umfeld (Dierl et al., 2018). Allen multispektralen Methoden ist gemein, dass entweder eine Breitbandlichtquelle mit verschiedenen Filtern, oder einzelne schmalbandige LEDs in Kombination mit monochromen oder mehrkanaligen Sensoren in CMOS- oder CCD-Bauweise verwendet werden. Somit zählt der im Rahmen dieser Arbeit entwickelte Aufbau auch zu den multispektralen Messverfahren.

4.2.7 Optische Bauelemente

Der zentrale Bestandteil des Messsystems sind die verwendeten CMOS-Sensoren in Kombination mit dem verbauten telezentrischen Objektiv. Das telezentrische Objektiv von Opto-Engineering wurde mit einem so genannten F-Mount geordert. Da das Objektiv nur mit C-Mount oder F-Mount geliefert werden kann, werden die beiden Flächenkameras mit EF- bzw. EF-S-Mount über einen Adapter der Firma NOVOFLEX (NOVOFLEX Präzisionstechnik GmbH, 2018) von F- auf EF-Mount adaptiert. Somit sind beide Flächenkameras in Kombination mit dem telezentrischen Objektiv verwendbar. Das telezentrische Objektiv ist bitelezentrisch ausgelegt. Das bedeutet, dass der Strahlengang auf der Eintritts- und Austrittsseite telezentrisch, also parallel zur optischen Achse des Objektivs, verläuft. Grundsätzlich beträgt der objektseitige Messbereich des Objektivs bei einer maximalen Sensorfläche von $36\text{ mm} \times 24\text{ mm}$ $146,9\text{ mm} \times 97,9\text{ mm}$. Ein Maß für die Güte der Telezentrie des Objektivs bietet der maximale gemessene Winkel, unter dem ein Lichtstrahl noch durch das Objektiv auf den Sensor fällt. Dieser Winkel wird ab Werk gemessen und ist im Messprotokoll mit ca. $0,078^\circ$ beziffert. Auch die Verzeichnung des Objektivs ist dort zu finden (siehe Messprotokoll des telezentrischen Objektivs Anhang A.6).



Abbildung 28: Verwendete Digitalkameras des Herstellers Canon. Links: Canon EOS 70D mit $22,5\text{ mm} \times 15,0\text{ mm}$ APS-C-Sensor und einer Auflösung von $20,2\text{ Megapixel}$. Rechts: Canon EOS 6D mit $36\text{ mm} \times 24\text{ mm}$ Vollformat-Sensor und einer Auflösung von $20,2\text{ Megapixel}$.

Abbildung 28 zeigt die im Aufbau verwendeten Kamerasysteme des Herstellers Canon Inc. Die beiden Kamerasysteme Canon EOS 70D und Canon EOS 6D sind handelsübliche digitale Spiegelreflexkameras und wurden aufgrund der großen Auswahl an Objektiven und der einfachen Bedienbarkeit ausgewählt (Canon Deutschland GmbH, 2018a, Canon Deutschland GmbH, 2018b). Beide Kameras besitzen je einen RGB-Sensor, deren Farbfilter nach dem Bayer-Prinzip angeordnet sind. Das Bayer-Muster, benannt nach Bryce E. Bayer, wurde 1975 von Eastman-Kodak zum Patent angemeldet (Bayer, 1975) und beschreibt die regelmäßige Anordnung unterschiedlicher Filtertypen in einer oder mehreren Richtungen zum Detektieren von Intensitäten. Die CMOS-Sensoren der hier verwendeten Kameras besitzen ein Bayer-Muster des Typs RRGB, welches gleichzeitig die sich wiederholende Grundeinheit der Farbfilteranordnung darstellt. Um die Wahrnehmung des menschlichen Auges nachempfinden zu können (Demtröder, 2006, S. 350), sind im Bayer-Muster die doppelte Anzahl an grünen Filterflächen im Vergleich zu blauen und roten Filterflächen aufgebracht (STEMMER IMAGING AG, 2018). Die korrekte Zuordnung der einzelnen Pixel zu deren Farbfiltern wird im weiteren Verlauf der Bildverarbeitung relevant. Beide Sensoren verfügen über eine effektive Auflösung von $20,2\text{ Megapixel}$, unterscheiden sich aber grundlegend in der Gesamtgröße und somit der einzelnen Pixelgröße. So besitzt die Canon EOS 6D bei gleicher Auflösung einen Sensor mit der Größe $36\text{ mm} \times 24\text{ mm}$, die Canon EOS 70D einen Sensor der Größe $22,5\text{ mm} \times 15,0\text{ mm}$. Somit ist die Fläche eines einzelnen Pixels des Sensors der EOS 6D 2,56 mal so groß wie die Fläche eines einzelnen Pixels der EOS 70D. Nicht berücksichtigt ist dabei der Füllfaktor der einzelnen Pixel, also diejenige Fläche, die tatsächlich lichtempfindlich ist (Jähne, 2012, S. 202). Diese Unterschiede in den Formatgrößen wirken sich vor allem durch die bitelezentrische Abbildung auf die objektseitig maximal abbildbare Größe aus. Diese reduziert sich von $146,9\text{ mm} \times 97,9\text{ mm}$ für den Sensor der Größe $36\text{ mm} \times 24\text{ mm}$ auf $91,81\text{ mm} \times 61,19\text{ mm}$ für den Sensor der Größe $22,5\text{ mm} \times 15,0\text{ mm}$. Bei einer Reduzierung des Sensorformats wirkt der Formatrahmen des kleineren Sensors automatisch als Feldblende (Schröder & Treiber, 2014, S. 103) und

beschneidet aufgrund der Telezentrie der einfallenden Lichtbündel auch objektseitig die maximale Größe der zu vermessenden Fläche.

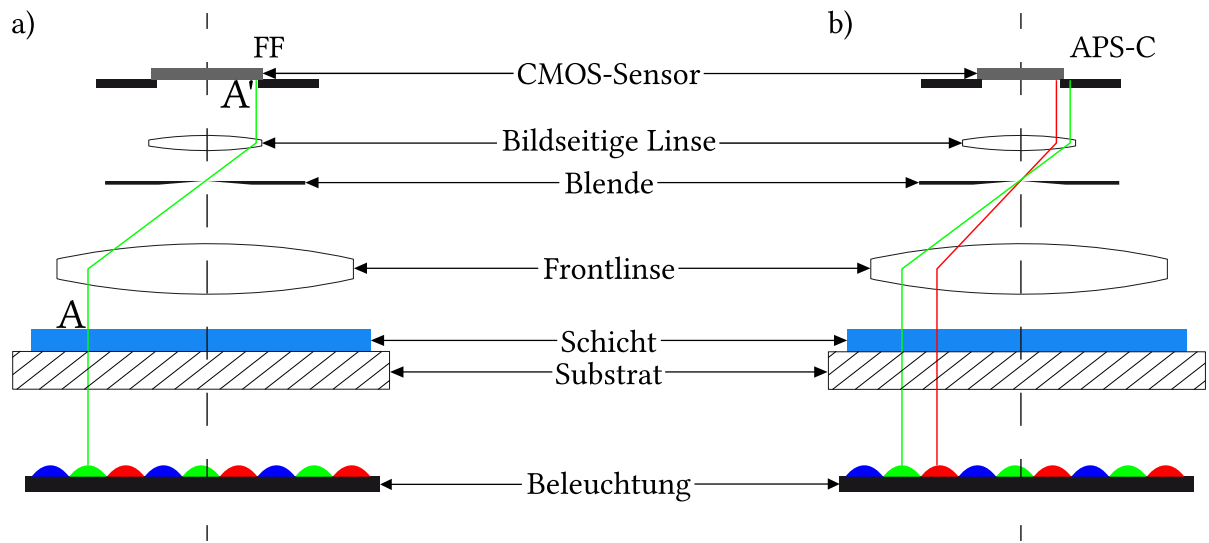


Abbildung 29: a) Strahlengang eines telezentrischen Strahlenbündels, das durch das Objektiv auf den Sensor mit der Bildgröße $36\text{ mm} \times 24\text{ mm}$ gebrochen wird. b) Strahlengang zweier Strahlenbündel, die durch das Objektiv auf einen Sensor im APS-C-Format gebrochen werden. Es wird ersichtlich, dass der APS-C-Sensor das grüne Strahlenbündel nicht mehr detektiert, da dieses außerhalb der aktiven Fläche auftrifft. Der Formatrahmen beschneidet das Bild und wird somit auch als Feldblende bezeichnet (Schröder & Treiber, 2014, S. 103).

Dieser Zusammenhang ist graphisch in Abbildung 29 dargestellt. Aufgrund der identischen Pixelanzahl beider Sensoren, allerdings bei unterschiedlicher Größe und somit kleinerem Bildfeld des APS-C-Sensors, sind die Auflösungen der Sensoren unterschiedlich. Als Auflösung wird in diesem Fall die Anzahl der *Pixel / mm* entlang einer Seitenkante des aufgenommen Bildes definiert. Tabelle 2 zeigt die Übersicht aller geometrischen Abmessungen der verwendeten Kameras / Sensoren sowie die rechnerisch daraus resultierende bildseitige Auflösung.

Tabelle 2: Übersicht der verwendeten Kameras / Sensoren sowie deren geometrischen Abmessungen und bildseitigen Auflösung.

Kamera / Sensor	Abmessung / (mm^2)	Pixelanzahl / ()	Bildfeld / (mm^2)	Auflösung / (<i>Pixel / mm</i>)
Canon EOS 6D / FF	36×24	5472×3648	$146,9 \times 97,9$	$37,25 \times 37,26$
Canon EOS 70D / APS-C	$22,5 \times 15,0$	5472×3648	$91,81 \times 61,19$	$59,60 \times 59,62$

Als drittes optisches Bauelement beinhaltet der Aufbau den bereits erwähnten Strahlteiler in einer 50 / 50-Konfiguration. Die Reflexions- und Transmissionseigenschaften des Strahlteilers sind über den Wellenlängenbereich von $380\text{ nm} - 780\text{ nm}$ nicht konstant (Edmund Optics, 2018b), werden aber im weiteren Verlauf nicht berücksichtigt, da die optischen Eigenschaften, wie schon in Kapitel 3.2.3 beschrieben, durch die Verwendung ortsabhängiger Kontrastwerte $K_{i,j}^{x,y}$ normiert werden. Die Konstante $C_{i,j}^{x,y}$ beinhaltet die wellenlängenabhängigen optischen Eigenschaften aller Bauelemente und kürzt sich über die Kontrastwerte heraus. Aufgrund der Größe der zu vermessenden Fläche muss ein Plattenstrahlteiler verwendet werden. Als nachteilig beim Einsatz eines solchen Strahlteilers haben sich die dabei entstehenden Geisterbilder erwiesen. Geisterbilder entstehen durch die Reflexion der Lichtbündel an der nicht beschichteten Rückseite des Strahlteilers.

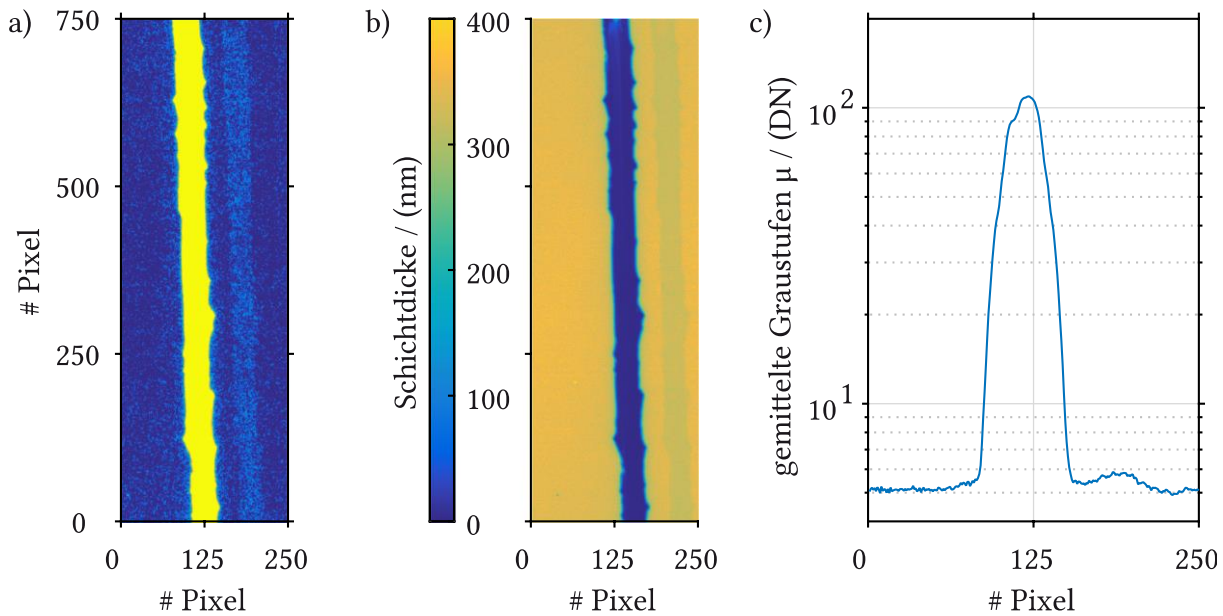


Abbildung 30: a) Bearbeitete Aufnahme des blauen Kanals einer rotationsbeschichteten Superyellowprobe, die in Transmission belichtet wurde. Zur besseren Darstellung ist die Aufnahme eingefärbt. Zu sehen sind der mittige Kratzer, gelb eingefärbt, und die Schicht, die aufgrund der Absorption im Blauen nur eine geringe Graustufenintensität aufweist. Versetzt um ca. 70 px ist das Geisterbild des Kratzers zu erkennen. b) Berechnete Schichtdicke der Probe. Es ist gut zu sehen, dass das Geisterbild einen signifikanten Einfluss auf die Schichtdickenberechnung hat. c) Entlang des Kratzers gemitteltetes Profil der Aufnahme aus a). Gut zu sehen ist das zweite Maximum rechts vom Hauptmaximum. Dieses Nebenmaximum stammt vom Geisterbild.

Der Einfluss der Geisterbilder auf die eigentlichen Messungen wird in Abbildung 30 ersichtlich. Abbildung 30 a) zeigt eine kontrastverstärkte und eingefärbte Aufnahme einer rotationsbeschichteten Superyellow-Probe. Die Probe wurde in Transmission im blauen Kanal beleuchtet. Der Kratzer in der Mitte ist materialfrei, somit ist dort ein Graustufenmaximum vorhanden; das um den Kratzer liegende Material absorbiert das Licht und erzeugt daher eine geringere Intensität. Rechts vom Kratzer in einem Abstand von ca.

70 *px* ist das Geisterbild des Kratzers zu sehen. Abbildung b) zeigt den Einfluss des Geisterbildes auf die Berechnung der Schichtdicke. Durch das zusätzlich erzeugte Signal des Geisterbildes kommt es zu einem Anstieg der Graustufen und somit zu einer vermeintlich niedrigeren Absorption. Daraus folgt eine falsche Berechnung der eigentlichen Schichtdicke. Abbildung c) stellt das entlang des Kratzers gemittelte Profil der Aufnahme aus Abbildung a) dar. Auffällig ist dabei, dass neben dem eigentlichen Hauptmaximum ein kleineres Nebenmaximum liegt. Dieses hat einen Abstand Peak-Peak von ca. 70 *px*. Bei einer räumlichen Auflösung des optischen Systems von 34 $\mu\text{m} / \text{px}$ entspricht dies einer Distanz von 2,448 *mm*. Wird nun eine einfache geometrische Abschätzung unter der Annahme, dass der Strahlteiler aus 3 *mm* dickem Glas mit Brechungsindex $n = 1,5$ besteht, durchgeführt, so wird das Geisterbild in einem Abstand von ca. 2,24 *mm* – 2,36 *mm* projiziert. Die Abschätzung liegt somit im Rahmen der Messung. Das durch Geisterbilder entstehende zusätzliche Signal entspricht gemittelt einem Äquivalent von ca. 0,89 Graustufen bei einem 8 *Bit* Graustufenumfang. Das Verhältnis zwischen eigentlichem Signal und Geisterbild beträgt ca. 0,7 %. Dass dies einen signifikanten Einfluss auf die berechnete Schicht hat, ist in Abbildung 30 b) zu erkennen.

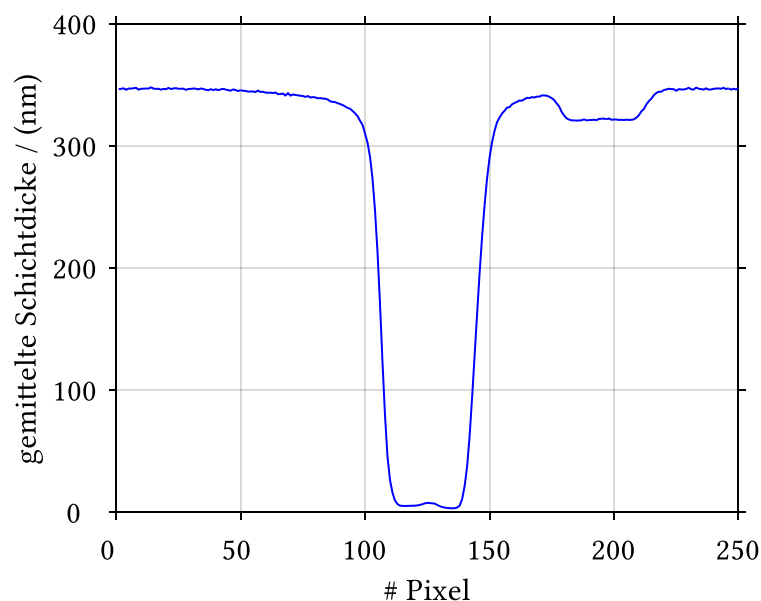


Abbildung 31: Entlang des Kratzers gemitteltes Schichtdickenprofil. Es ist zu sehen, dass das Geisterbild rechts des Kratzers einen signifikanten Einfluss auf die berechnete Schichtdicke genommen hat.

Der Fehler kann dem gemittelten Schichtdickenprofil in Abbildung 31 entnommen werden. Die Schichtdicke rechts des Kratzers ist im Bereich der Pixel 180 – 200 durch das Geisterbild durchschnittlich um 25 *nm* reduziert.

Für Messungen in Transmission lässt sich die Problematik der Geisterbilder einfach umgehen, indem der Strahlteiler vor der Messung demontiert wird. Für Messungen in Reflexion kann der Strahlteiler nicht demontiert werden.

4.2.8 Ansteuerung des Messaufbaus und Bilddatenaufnahme

Zusätzlich zur mechanischen Konstruktion und der optischen Auslegung des Systems müssen auch die elektrischen Komponenten, wie etwa Schaltung und Ansteuerung, ausgelegt und umgesetzt werden. Neben der Anforderung, dass die Beleuchtung elektronisch ansteuerbar sein muss, soll diese auch beide Panels gleichzeitig ansteuern können und die automatisierte Bildaufnahme durchführen. Das bedeutet, dass die Kamera als zusätzliches zu steuerndes Element hinzukommt. Die Steuerung soll über einen Arduino® und ein adaptiertes MATLAB®-Skript erfolgen, da MATLAB® eine einfache Umsetzung von Benutzeroberflächen zulässt. Als Herausforderungen haben sich die Auslegung der Spannungsquelle und die Ansteuerung der Kamera erwiesen.

Um alle in Reihe geschalteten LEDs bei 750 mA zu betreiben, ist es nötig eine Konstantstromquelle zu verwenden. Die Konstantstromquelle regelt dabei die Spannung so lange, bis der Stromstärken-Sollwert erreicht ist. Daraus folgt, dass bei Leerlauf die maximale Leerlaufspannung anliegt. Dies liegt zunächst allen Konstantstromquellen zugrunde. Problematisch wird die Kombination mit den unterschiedlichen Betriebsspannungen der in Reihe geschalteten LEDs und dem eigentlichen Schaltvorgang der unterschiedlichen LED-Reihen. Wie Tabelle 1 zu entnehmen ist, liegen die Betriebsspannungen der einzelnen Farben in unterschiedlichen Bereichen. Da alle Farben mit einer Konstantstromquelle betrieben werden sollen, muss das passende Spannungslevel voreingestellt werden. Dieses Spannungslevel liegt aufgrund der breitbandigen weißen Lichtquelle und den damit in Reihe geschalteten LED-Reihen Rot, Grün und Blau bei über 90 V . Während des Schaltvorgangs zwischen unterschiedlichen Farben sowie beim An- und Ausschalten der Beleuchtung ist die Schaltung kurzzeitig offen und die Konstantstromquelle regelt die Spannung vorübergehend hoch auf ihre Leerlaufspannung. Wird die nächste LED-Reihe nun zugeschaltet, fällt kurzzeitig die maximale Leerlaufspannung über die LED-Reihe ab und zerstört die LEDs, da jede LED mit dem Dreifachen ihrer optimalen Spannung belastet wird. Ein besserer Ansatz ist das Einpegeln der Spannung aus dem Kurzschlussbetrieb der Konstantstromquelle.

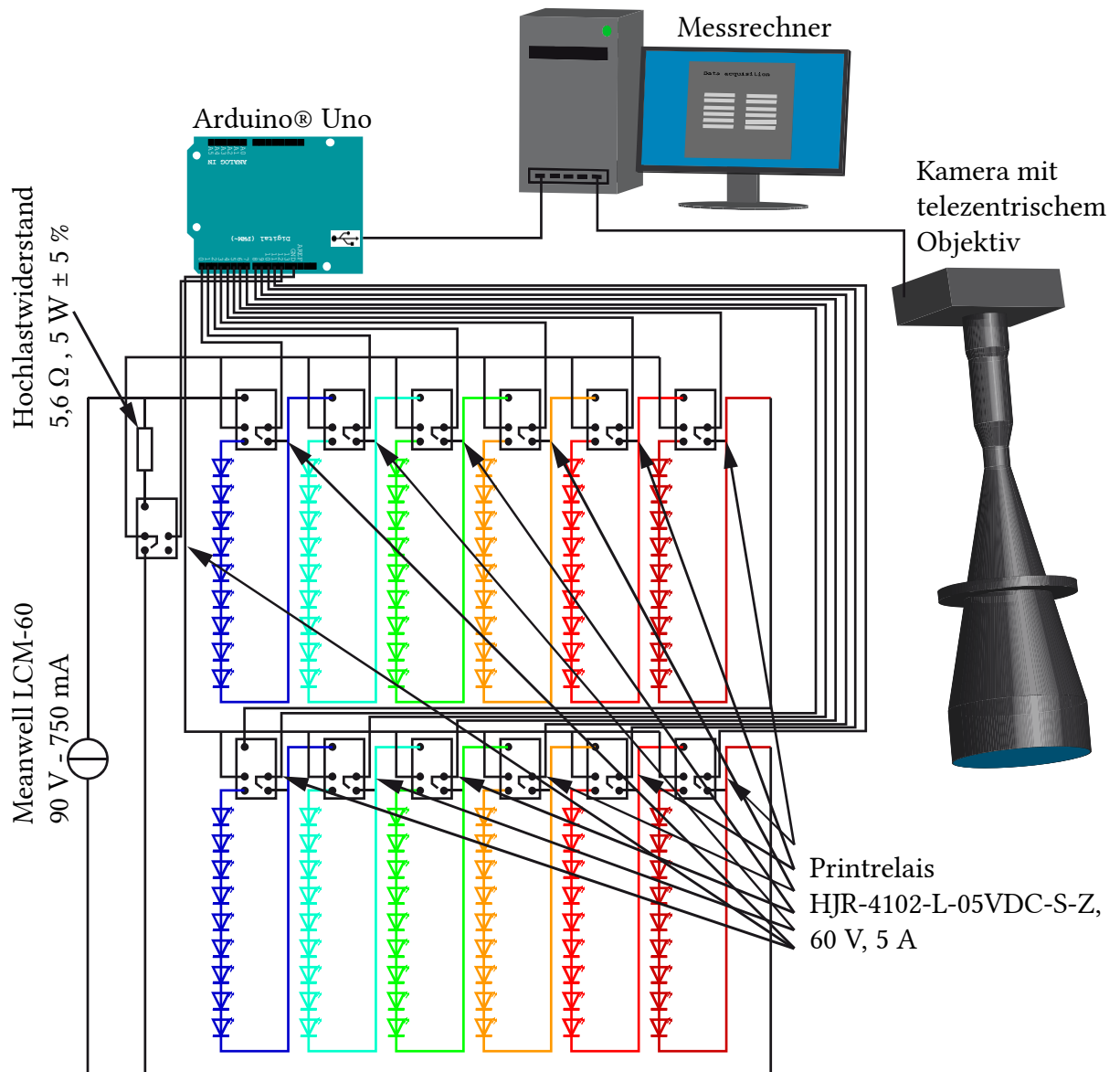


Abbildung 32: Konzept der automatisierten Aufnahme der Bilddaten. Es ist die Ansteuerung der einzelnen LED-Kanäle über die Relais sowie die Ansteuerung der Bildaufnahme zu sehen. Die Printrelais werden hierfür mittels eines Arduino® gesteuert. Um einen ungewollten Spannungsabfall von 90 V über die LEDs zu vermeiden, ist ein Hochlastwiderstand parallel zuschaltbar. Dieser verhindert, dass das Netzteil die Spannung ungewollt hochregelt. Kamera und Beleuchtung werden über einen Messrechner mittels eines MATLAB®-Skripts synchronisiert und gesteuert.

Damit eine solche Regelung umgesetzt werden kann, wurde eine Schaltung entworfen, die über so genannte Printrelais die einzelnen Beleuchtungen an- und ausschaltet. In Abbildung 32 ist die Verschaltung der einzelnen Komponenten zu sehen. Um die LED-Reihen zu schützen, wurde parallel zu den LED-Reihen ein weiteres Printrelais verbaut, welches vor jedem Schaltvorgang die Konstantstromquelle auf Kurzschluss schaltet. Anschließend wird das Printrelais der ausgewählten LED-Reihe angesteuert und die Kurzschlusschaltung geöffnet. Das hat zur Folge, dass die Konstantstromquelle von niedrigen zu hohen

Spannungen regelt und nicht umgekehrt. Ein Überlastschutz wurde softwareseitig implementiert, es können nie mehr als drei LED-Reihen zeitgleich betrieben werden. Als Netzteil wurde ein MEANWELL LCM-60 verwendet (MEAN WELL EUROPE B.V.), die Printrelais stammen von Tianbo Electronics Inc. (Ningbo Tianbo Ganglian Electronics Co., Ltd) und sind monostabil ausgelegt. Die Printrelais sind in der Lage, bis zu 5 A bei 60 V zu schalten, die elektrische Lebensdauer beträgt ca. 1×10^5 Schaltzyklen.

Die Schaltung der Printrelais erfolgt über einen Arduino® Uno rev3 (Arduino, 2018). Die Printrelais benötigen eine Spannung von ca. 5 V zum Schalten der Relais. Diese wird vom Arduino standardmäßig an den digitalen Ausgängen zur Verfügung gestellt. Ein einzelnes Printrelais, das vor einer LED-Reihe sitzt, entscheidet durch seinen Schaltzustand, ob der Strom über die LED-Reihe oder an der LED-Reihe vorbei zum nächsten Relais fließt. Dadurch lassen sich verschiedene Beleuchtungszustände realisieren.

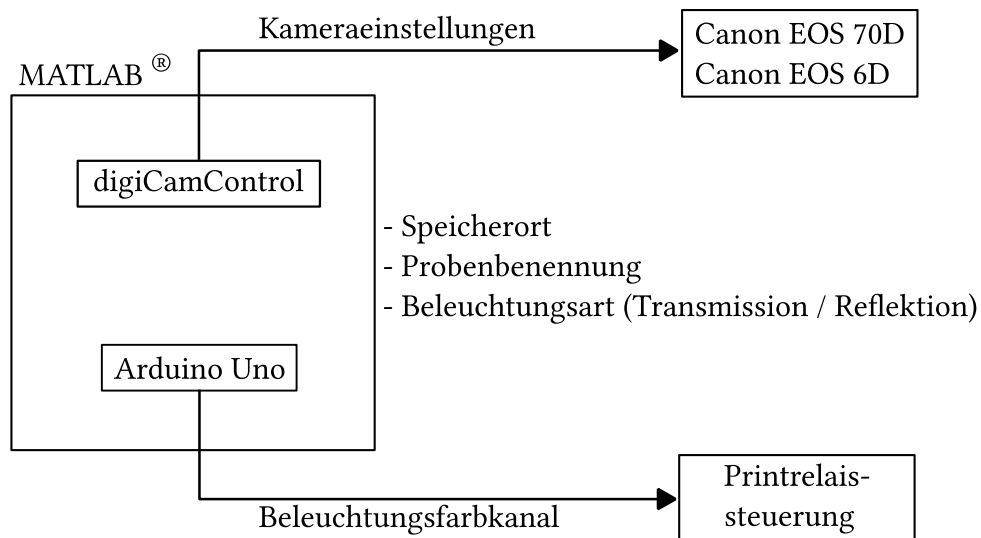


Abbildung 33: Schema des MATLAB®-Skripts zur Erzeugung der Bilddaten. Das MATLAB-Skript stellt die Schnittstelle zur Steuerung der Software digiCamControl und dem Arduino Uno dar. digiCamControl steuert die Kameras, der Arduino die Printrelais, welche die Spannungsversorgung kanalspezifisch zuschalten.

Die Steuerung der einzelnen Komponenten zur Bilddatenaufnahme läuft, wie bereits erwähnt, über eine eigens in MATLAB® programmierte Benutzeroberfläche. Darüber lassen sich Belichtungszeit und ISO-Stufe beleuchtungsfarbkanalabhängig, sowie auch Speicherort, Probenbezeichnung und Beleuchtungsart einstellen. Zusätzlich ist eine separat anwählbare Beleuchtungssteuerung enthalten. Abbildung 32 zeigt schematisch den Aufbau der

Bilddatenaufnahme. Da beide Kameras nicht über MATLAB^{®10} direkt ansteuerbar sind, muss der Umweg über die Open-Source-Anwendung digiCamControl (Istvan & Joergensen, 2018) und das frei zugängliche Schnittstellenskript *CameraController* (2018) gewählt werden. Dies erlaubt es, Digitalkameras unterschiedlicher Hersteller über MATLAB[®] direkt anzusteuern. Am Ende des Datenaufnahmeverfahrens steht eine Datei im „Cr2“-Format. Jede der Dateien erhält dabei entsprechend ihrer Verwendung und Beleuchtungsart ein eindeutiges Kürzel, das es ermöglicht zuzuordnen, ob das Bild als Referenz oder Probe verwendet wird und in welchem Beleuchtungsfarbkanal die Probe beleuchtet wurde.

4.2.9 Belichtungszeit, Bilddatenerzeugung und -verarbeitung

Die Verwendung eines verlustfreien Datenformats ist essentiell, um das theoretische Modell mit den weiterverarbeiteten Rohdaten des Sensors zu vergleichen. Daher eignen sich Formate, die die eigentlichen Rohdaten komprimieren, nicht zum Einsatz in diesem Messverfahren. MATLAB[®] kann zwar „Cr2“-Dateien lesen; um aber einen direkten Zugang zu den Graustufeninformationen zu erhalten, ohne dabei auf eine MATLAB[®]-interne Bildverarbeitung zurückgreifen zu müssen, wurde auf Basis der Open-Source-Software DC-Raw (Coffin, 2015) und einem adaptierten MATLAB[®]-Skript auf Basis von Sumner (2014) eine eigene Bilddatenentwicklung umgesetzt. Diese soll sicherstellen, dass die Graustufen linear zur einfallenden Lichtmenge sind und alle Bilder in der passenden Bittiefe bereitgestellt werden. Hierzu werden die Daten im originalen .Cr2-Format in das so genannte .Tiff-Format bei einer Bittiefe von 8 Bit konvertiert. Die CMOS-Sensoren beider Kameras haben zwar eine 14 Bit Farbtiefe, diese ist jedoch nicht nötig und würde zu einer deutlich umfangreicheren Dateigröße führen.

Der Ablauf der Bildentwicklung ist in Abbildung 34 zu sehen. Die Prozessschritte 1-3 zeigen die Bildaufnahme durch den CMOS-Sensor und den anschließenden Prozess des Demosaicing. Das Demosaicing beschreibt die Rekonstruktion eines vollen RGB-Bildes auf Basis unvollständiger Farbinformationen, wie sie bei einem Bayer-Farbfiler vorkommen, durch Interpolation (Cok, 1986; Getreuer, 2011; Kimmel, 1999). Diese Art von Interpolation führt zwar zu einer nominell höheren Auflösung, erzeugt aber auch Informationen, die nicht durch Absorption von Licht im Sensor zustande gekommen sind. Daher ist Demosaicing eine mögliche Fehlerquelle.

¹⁰ Die Programmierung der Bilddatenaufnahme erfolgte in der MATLAB[®]-Version R2015a. Möglich ist, dass dieses Feature in einer späteren Version in der Image-Acquisition-Toolbox enthalten ist. Zum Zeitpunkt des Verfassens dieser Dissertation war keine MATLAB[®]-Version hierzu in der Lage.

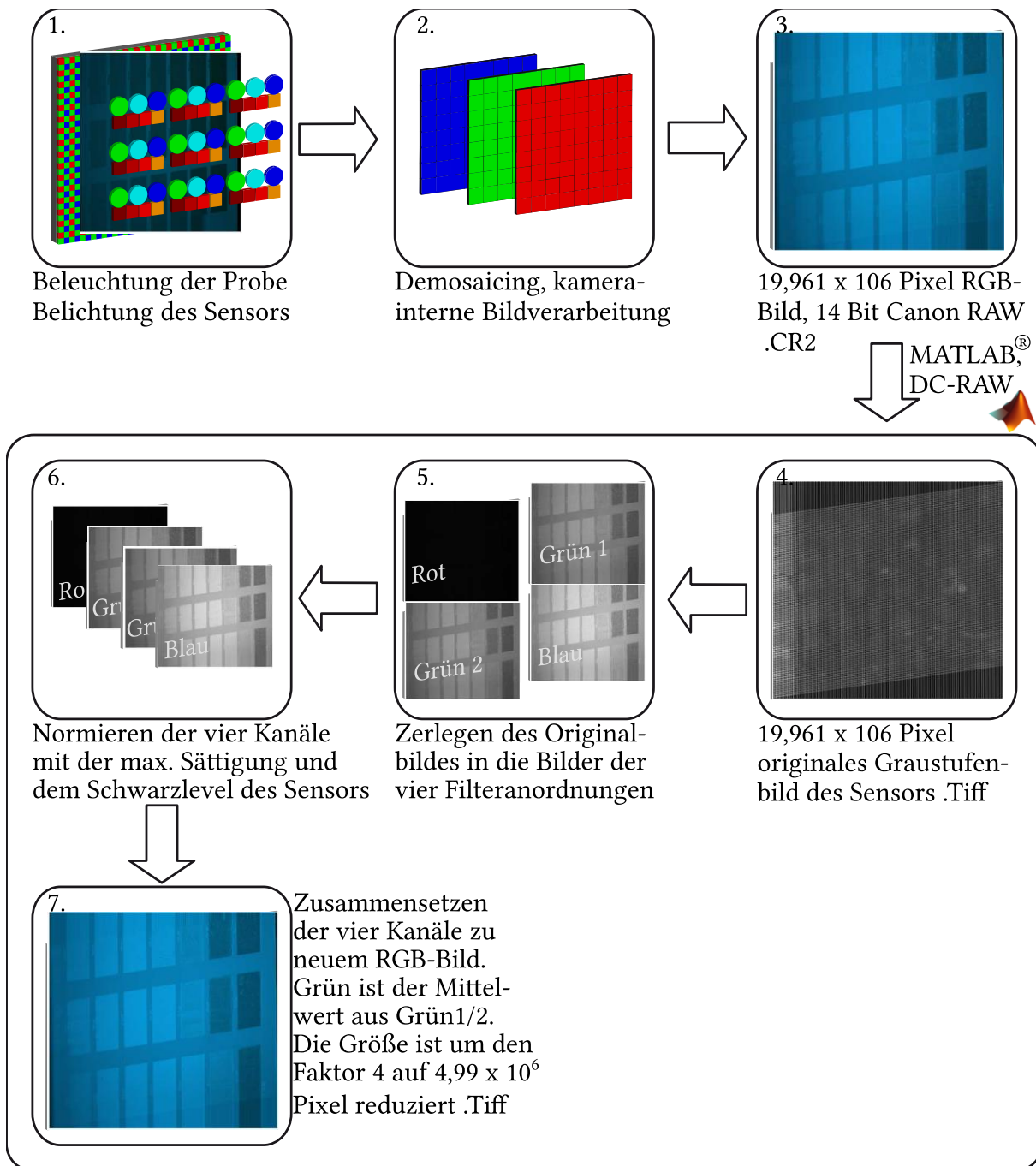


Abbildung 34: Ablaufdiagramm für die Bildentwicklung in MATLAB®. Die Prozessschritte 1-3 zeigen die interne Bildverarbeitung der Kamera. Die Prozessschritte 4-7 wurden in MATLAB® mittels DC-RAW umgesetzt (Coffin, 2015; Sumner, 2014).

Daraus ergibt sich auch direkt, warum eine eigenständige Bildverarbeitung umgesetzt werden musste, da MATLAB® die Rohdaten im Canon-Raw-Format bereits „demosaiced“ importiert. Die eigentliche Bildentwicklung erfolgt in den Prozessschritten 4-7. Zunächst werden die Bilddaten mittels DC-RAW¹¹ bearbeitet, so dass im Prozessschritt 4 das eigentliche Graustufenbild des Sensors entsteht. Dieses Graustufenbild enthält die originale

¹¹ Der DC-RAW-Befehl hierfür lautet: -4 -D -o[0] -T.

Graustufeninformation der jeweiligen Pixel. Es wird im darauffolgenden Prozessschritt 5 in vier Teile gemäß der Anordnung der Farbfilter zerlegt. Sie ist je nach Sensor unterschiedlich, in diesem Falle für beide Kameramodelle aber identisch mit „RGGB“¹². Zusätzlich zur reinen Bilddatenentwicklung ist DC-Raw auch in der Lage, Metadaten der Rohdaten zu übermitteln. Die Metadaten beinhalten das sogenannte Sättigungslevel S_L und den Schwarzwert S_W . Im Prozessschritt 6 wird die Graustufeninformation pixelweise normiert, wie in Gleichung 4.1 zu sehen (Sumner, 2014)¹³.

$$p_{ij}^{norm} = \frac{P_{ij} - S_W}{S_L - S_W} \quad (4.1)$$

Durch die Normierung wird das Graustufensignal auf den maximal möglichen Kontrast optimiert. Im Prozessschritt 7 wird der Mittelwert aus den beiden grünen Teilbildern berechnet und anschließend ein RGB-Bild zusammengesetzt. Das Bild wird als 8 *Bit*-Bild im *.Tiff*-Format abgespeichert. Dadurch, dass kein Demosaicing durchgeführt wird, reduziert sich allerdings auch die Auflösung auf ein Viertel des ursprünglichen Wertes.

Die optimale Belichtungszeit wird über Testaufnahmen und deren Histogramm bestimmt. In Transmission ergibt sich dabei eine Besonderheit: Die optimale Belichtungszeit wird über das Histogramm der Referenz gesteuert. Die Belichtungszeit wird so eingestellt, dass die Referenz gerade das Maximum der Graustufen erreicht. Ausgehend davon kann die Graustufenabnahme durch die Absorption bestimmt werden. Durch eine Maximierung der Graustufenintensität kann also auch der Messbereich für die Messung in Transmission maximiert werden. Jedoch muss dabei die Linearität des Sensors berücksichtigt werden. Wie die Linearitätsdaten und die Systemverstärkung (siehe Kapitel 4.3.4 und 4.3.5) zeigen, sollte der Sensor nicht über einen Graustufenbereich von $\mu = 10000 \text{ DN}$ ausgesteuert werden. Eine Übersicht über die Belichtungszeiten / (s) für Messungen in Transmission und Reflexion ist in nachfolgender Tabelle zu finden.

Tabelle 3: Übersicht über die optimierten Belichtungszeiten bei Beleuchtung mit unterschiedlichen Beleuchtungsfarbkanälen für Messungen in Transmission und Reflexion.

Methode	Königs- blau / (s)	Blau / (s)	Grün / (s)	Bernstein / (s)	Rot / (s)	Hyperrot / (s)
Reflexion	1/25	1/20	1/13	1/2	1/5	1/5
Transmission	1/640	1/640	1/640	1/100	1/160	1/200

¹² Dieses vom Autor erstellte Skript wurde auch in vom Autor betreuten Arbeiten zur Entwicklung von Bildern mit unterschiedlichen Farbfilteranordnungen verwendet: Oschmann (2016); Stamm (2017).

¹³ Die Basis für das vom Autor erstellte Skript bildet die Publikation und der Quellcode von Sumner (2014).

4.3 Charakterisierung des Messaufbaus und der optischen Komponenten

Im Folgenden werden der im Kapitel 4.2.6 - 4.2.9 vorgestellte Messaufbau und dessen optische Komponenten charakterisiert. Dazu zählen die spektrale Charakterisierung der Beleuchtung, die spektrale Empfindlichkeit der Sensoren, deren Linearität, die Systemempfindlichkeit sowie das optische Auflösungsvermögen des Optik-Sensor-Systems. Die Kenngrößen werden benötigt, um das in den Kapiteln 3.2.2 und 3.2.3 vorgestellte Modell und die damit einhergehende theoretische Antwort eines Pixels auf ein absorbiertes Photon zu bestimmen. Das Auflösungsvermögen wird benötigt, um abschätzen zu können, welche Strukturgrößen noch auflösbar sind.

4.3.1 Charakterisierung der Beleuchtungseinheit

Ein zentrales Element des Messaufbaus ist die Beleuchtungseinheit. Durch die Spektren der unterschiedlichen LEDs wird maßgeblich bestimmt, wie die Interferenzmuster auf der Probe aussehen. Neben dem Spektrum der LEDs kann auch deren Halbwertsbreite (FWHM) gemessen werden. Aus der Halbwertsbreite lässt sich die Kohärenzlänge bestimmen. Unten stehende Formel gilt allerdings nur für gaußförmige Spektren.

$$l_x = \frac{\lambda^2}{\Delta\lambda} \quad (4.2)$$

Gleichung (4.2) beschreibt den Zusammenhang zwischen Kohärenzlänge l_x und den Eigenschaften des Spektrums der Beleuchtung. λ ist dabei die Peakwellenlänge, $\Delta\lambda$ die Halbwertsbreite des Spektrums. Die Kohärenzlänge ist ausschlaggebend für die Interferenzfähigkeit des Systems. Sie gibt die Strecke an, über die zwei Wellenpakete noch eine definierte Phasenlage zueinander haben - ein Hauptkriterium für Interferenz. LEDs eignen sich zu diesem Zweck hervorragend, da die Bandbreite vergleichsweise gering ist und somit eine hohe Kohärenzlänge vorliegt. Laser besitzen mit Kohärenzlängen von einigen Millimetern eine noch bessere Interferenzfähigkeit, neigen dadurch aber auch zu Specklemustern.

Die Spektren wurden mittels eines UV-VIS-Spektrometers des Herstellers Avantes¹⁴ gemessen. Die Integrationszeit betrug 9,811 ms, es wurde über 51 Scans gemittelt. Gemessen wurde mittig auf der Streuschreibe in der bereits montierten Beleuchtungseinheit.

¹⁴ Das Setup besteht aus einer Avantes AvaLight-DH-S-BAL Lichtquelle und einem Avantes AvaSpec ULS3648 Spektrometer Avantes BV (2018a), Avantes BV (2018b).

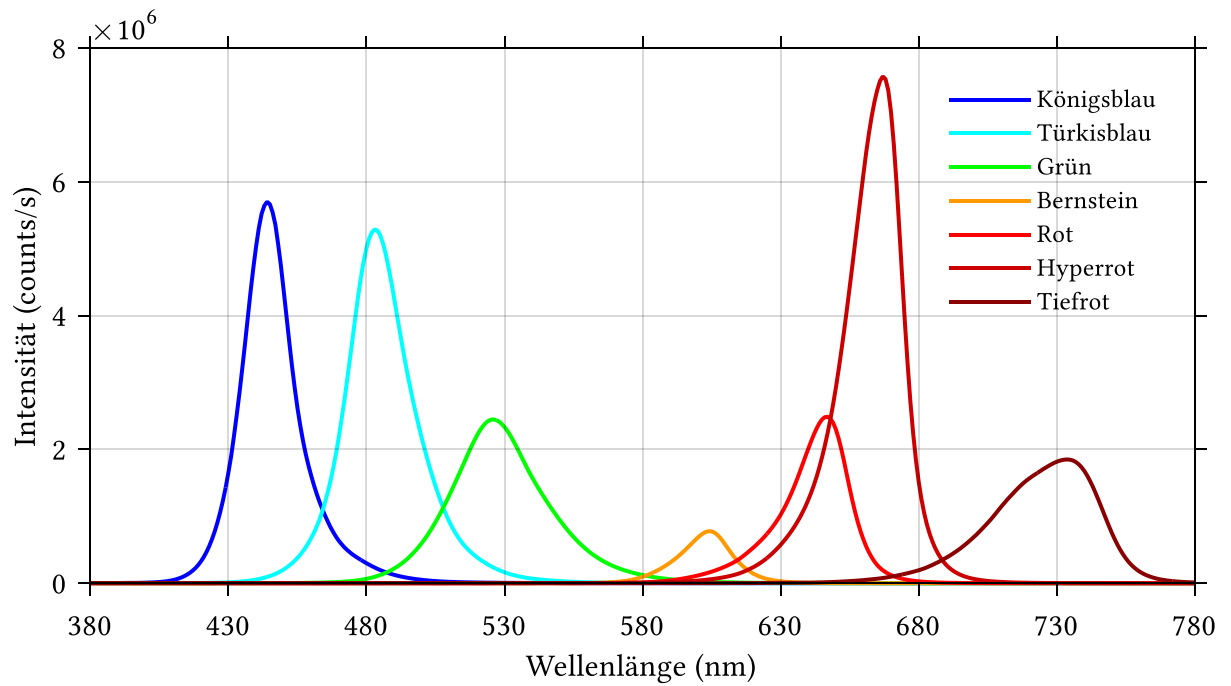


Abbildung 35: Gemessene Spektren der eingesetzten LEDs.

Die Spektren der Beleuchtungseinheit sind in Abbildung 35 dargestellt. Sie zeigen eine geringe spektrale Bandbreite der LEDs. Daraus folgt auch eine hohe Kohärenzlänge der einzelnen Beleuchtungsfarben. Die Peaks der jeweiligen Spektren sind über einen weiten Bereich des sichtbaren Spektrums verteilt und decken diesen gut ab.

Tabelle 4: Gemessene Peakwellenlänge, FWHM und Kohärenzlänge der unterschiedlichen LED-Spektren.

Spektrum	Peakwellenlänge / (nm)	FWHM / (nm)	Kohärenzlänge / (nm)
Königsblau (Kb)	444	21	9,4
Blau (B)	483	27	8,6
Grün (G)	526	39	7,1
Bernstein (A)	604	24	15,2
Rot (R)	647	25	16,7
Hyperrot (Hr)	667	23	19,3
Tiefrot (Dr)	734	45	12,0

Einen Überblick über alle relevanten Informationen der einzelnen Beleuchtungsfarben gibt Tabelle 4. Die Kohärenzlängen aller Spektren liegen mit mindestens $7 \mu\text{m}$ weit über den Schichtdicken, welche gemessen werden sollen. Somit kann davon ausgegangen werden, dass

die an den Grenzflächen reflektierten Teilwellen eine feste Phasenbeziehung aufweisen und miteinander interferieren.

Neben den Spektren der LEDs spielt auch die Verteilung des Lichtstroms über die Streuscheibe eine Rolle. Unterschiede in der Helligkeit der Beleuchtung führen dazu, dass auch die Proben inhomogen beleuchtet werden. Durch die Verwendung der ortsabhängigen Kontrastwerte $K_{i,j}^{x,y exp}$ werden solche Inhomogenitäten später herausgerechnet. Das ist möglich, da die Helligkeitsunterschiede zeitlich konstant sind. Sie entstehen hauptsächlich durch die Anordnung der LEDs auf dem Kühlkörper (siehe Abbildung 27 c) und die verwendete Streuscheibe. Abbildung 36 zeigt die Helligkeitsunterschiede in der Beleuchtung für alle Beleuchtungsfarben. Die Helligkeitsunterschiede wurden immer in dem Kamerakanal aufgenommen und ausgewertet, welcher spektral die meiste Überlappung aufwies. Anstelle der Graustufenintensität wurde jede Aufnahme auf das auftretende Maximum normiert. So sind die Helligkeitsunterschiede in einem Intervall von 0-1 sichtbar. Zu sehen ist, dass keiner der Helligkeitspeaks mittig im Messbereich sitzt. Dies liegt vor allem daran, dass die Anordnung der LEDs einem festgelegten Muster folgt. Je nach Muster befindet sich die maximale Helligkeit an einer anderen Position im Messbereich.

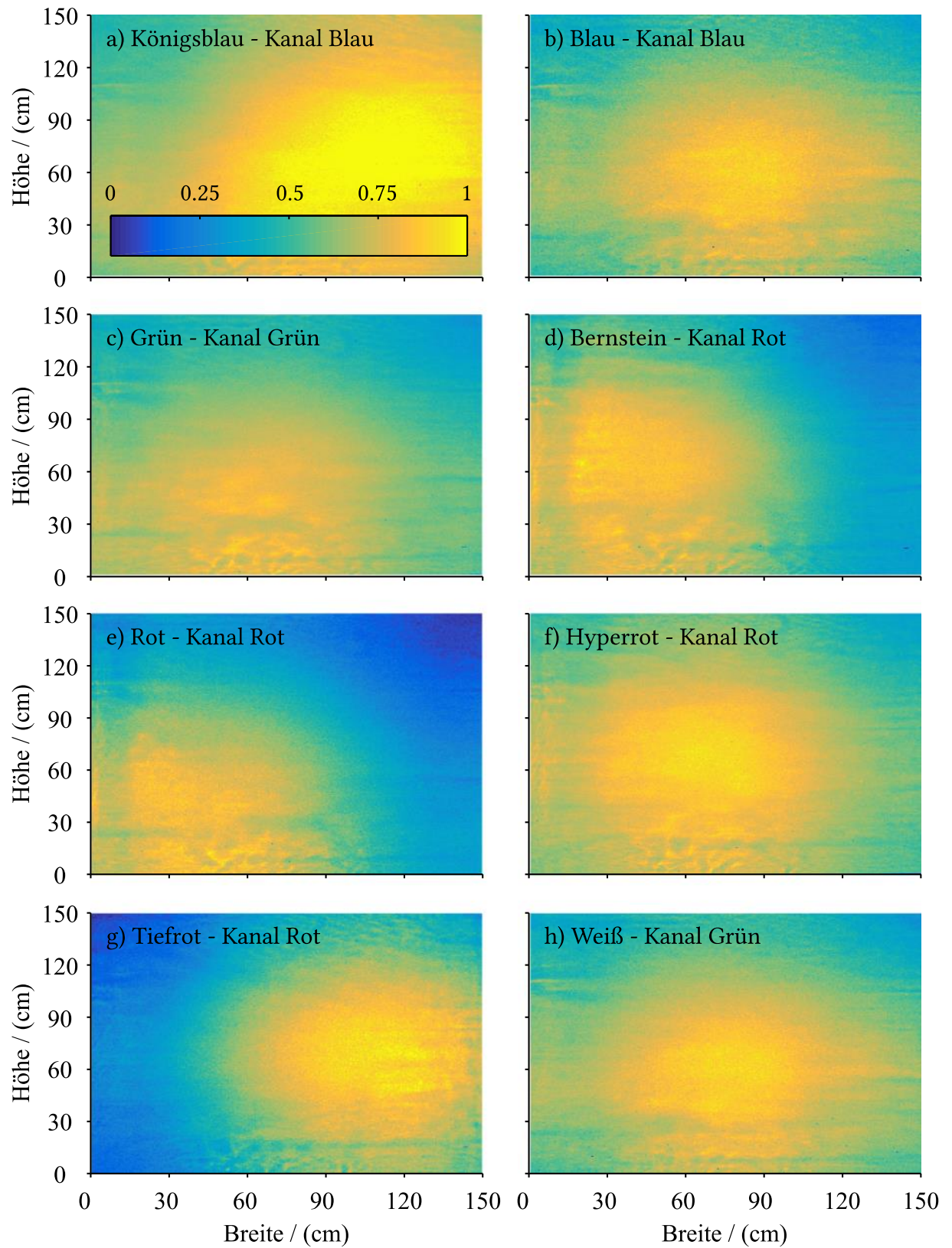


Abbildung 36: Leuchtdichteverteilung der verschiedenen LED-Beleuchtungen. Die Profile zeigen sehr deutlich, dass die Helligkeit bzw. Lichtstärke der 3×3 Matrixanordnungen nicht homogen verteilt ist.

4.3.2 Spektrale Empfindlichkeit der verwendeten Kameras

Die Verwendung kalibrierter Kameras spielt in vielen messtechnischen Anwendungen eine große Rolle, sei es, um Polarlichter zu vermessen (Sigernes et al., 2008), die Farbe der Fluoreszenz UV-absorbierender Materialien zu bestimmen (Schwaebel, Menning & Bunz, 2014) oder die Farbe 3D-gedruckter Proben zu ermitteln (Tanksale & Urban, 2016). Um modellieren zu können, welches Photon wieviel Signal bei Absorption im Detektor erzeugt, ist es notwendig, dessen spektrale Empfindlichkeit zu messen. Hierzu wurden im Laufe dieser Arbeit unterschiedliche Methoden verwendet, um diese zu charakterisieren. In der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Pries (2014) wurde die spektrale Empfindlichkeit eines weiteren Kamerasystems via Interferenzfilter gemessen. Dabei wird ein weißes Referenztarget durch die Interferenzfilter beleuchtet und gleichzeitig mit einem Spektroradiometer Konica Minolta CS 1000 A gemessen, um Spektrum und Leuchtdichte zu bestimmen. Eine weitere Methode ist die Kalibration der Sensoren über die Verwendung eines sogenannten Colorcharts. Dabei wird ein Bild einer Farbtabelle mit unterschiedlichen Farbfeldern mit bekannten Reflexionseigenschaften unter bekannter Beleuchtung aufgenommen. Auf Basis eines statistischen Modells können über dem der spektralen Empfindlichkeit zugrunde liegenden zweidimensionalen Raum mathematische Basisfunktionen erstellt werden, aus denen die spektrale Empfindlichkeit berechnet bzw. abgeschätzt werden kann (Jiang, Liu, Gu & Susstrunk, 2013; Zhao, Kawakami, Tan & Ikeuchi, 2009). Für die Versionen I-IV des Messaufbaus wurde die spektrale Empfindlichkeit über die Colorchart-Methode charakterisiert.¹⁵

Die für den Aufbau der Entwicklungsstufe V, MCICR, MCTM und Mehrschichtmessung, benutzte Sensor-Optik-Kombination wurde mittels Monochromator charakterisiert. Die Charakterisierung des Kamerasystems erfolgte, soweit möglich, nach EMVA 1288-Standard (European Machine Vision Association, 2016). Der EMVA 1288-Standard beschreibt Verfahren und Methoden, um Leistungsmerkmale verschiedener Sensoren und Kameras im Bereich Machine Vision zu bestimmen. Ziel ist es, eine Vergleichbarkeit der Leistungsmerkmale herstellerübergreifend sicherzustellen. Neben den nötigen Methoden beschreibt der Standard auch das nötige Messequipment und die Auswertung bzw. Darstellung der generierten Daten und Merkmale. Da das nötige Messequipment nicht immer vorhanden war, wurden stellenweise abweichende Messkonzepte verwendet. Der genaue Aufbau ist in den Veröffentlichungen von Strobel (2017) und Eckstein (2015; 2018)¹⁶ sowie in der Dissertation von Eckstein (2016) beschrieben. Der Aufbau bestand aus einer breitbandigen

¹⁵ Das Messen der spektralen Empfindlichkeit erfolgte in Kooperation mit Christoph Godau am Institut für Druckmaschinen und Druckverfahren der Technischen Universität Darmstadt.

¹⁶ Ich danke Noah Strobel und Ralph Eckstein für die Unterstützung bei den Messungen der spektralen Empfindlichkeit sowie für die zur Verfügung Stellung des Monochromators.

Xenon-Gasentladungslampe mit vorgeschaltetem Monochromator, welcher schmalbandige Wellenpakete produzierte. Die Kombination aus Monochromator und Lampe erzeugte Wellenpakete mit einem FWHM von $\sim 10 \text{ nm}$. Die Leistungsdichte $L(\lambda)$ bei unterschiedlichen Wellenlängen, welche relevant ist, um anschließend die spektrale Empfindlichkeit zu errechnen, wurde mittels kalibrierter Photodiode gemessen. Das optische System, bestehend aus telezentrischer Optik und Sensor, wurde im Arbeitsabstand von 380 mm zum Spiegel aufgestellt, der den Strahl des Monochromators auf die Frontlinse der telezentrischen Optik lenkte. Der Sensor der EOS 70D wurde für $250 \mu\text{s}$, die EOS 6D über $125 \mu\text{s}$ belichtet. Bei Charakterisierung des Systems mit aufgesetztem 180 mm Makroobjektiv erfolgte die Belichtung über $500 \mu\text{s}$. Alle Systeme wurden bei einer ISO-Empfindlichkeit von 100 belichtet. Zur Bilddatengewinnung wurde das Spektrum von 380 nm in 10 nm Schritten bis 780 nm durchgeföhren und bei jeder Peakwellenlänge ein Bild aufgenommen. Anschließend wurde die spektrale Leistungsdichte gemessen. Entgegen der EMVA 1288 wurde die spektrale Empfindlichkeit des Kamerasystems mit aufgesetzten Optiken bestimmt. Dadurch sollte die Modulation durch die optischen Komponenten mit berücksichtigt werden. Basierend auf der in Kapitel 4.2.9 vorgestellten Bildentwicklung wurde aus den gewonnenen Bilddaten die Graustufeninformation der RGB-Triplets in der Region-of-Interest (ROI) ausgewertet und mit der spektralen Leistungsdichte normiert. Die ROI beschreibt denjenigen Bildausschnitt, der für die Messungen herangezogen wird. Daher ist es wichtig, die Parameter der Bildaufnahme so zu wählen, dass der Sensor nicht in Sättigung geht, also ein zusätzlich auftreffendes Photon keine Änderung des Graustufensignals mehr hervorruft.

$$\Phi_k(\lambda) = \frac{1}{m * n} \frac{\sum_{i=1}^m \sum_{j=1}^n (ROI_{k,m,n} - Dark_{k,m,n})}{L(\lambda)} \quad (4.3)$$

Die Gleichung 4.3 verdeutlicht die Berechnung der spektralen Empfindlichkeit des Sensors bei Bestrahlung mit der spektralen Leistungsdichte $L(\lambda)$. $ROI_{k,m,n}$ beschreibt die Graustufenintensität am Pixel m, n , $Dark_{k,m,n}$ die Graustufenintensität des Dunkelbilds am Pixel m, n ohne Beleuchtung. $\Phi_k(\lambda)$ ist die spektrale Empfindlichkeit des Sensors im Kamerafarbkanal k bei Bestrahlung mit Licht der Wellenlänge λ . Die hier betrachtete spektrale Empfindlichkeit ist ein Mittelwert über mehrere Pixel. Prinzipiell besitzt jeder Pixel eine eigene spektrale Empfindlichkeit, da diese nicht homogen über den ganzen Sensor gleich verteilt ist. Ursache dafür sind Schwankungen in der Aufbringung der Farbfilter. Da die Daten nur in einem Abstand von 10 nm aufgenommen wurden, mussten die Datenpunkte zwischen den gemessenen Werten interpoliert werden. Das ist notwendig, da die Berechnung der Kontrastwerte in 1 nm Schritten erfolgt. Die Interpolation wurde hierbei über einen

sogenannten „kubisch hermetischen Spline“ durchgeführt. Dieser ist bereits in MATLAB®¹⁷ implementiert und benutzt die vorhandenen Daten als Stützstellen.

Ein Vergleich der unterschiedlich bestimmten spektralen Empfindlichkeit für ein identisches optisches System, bestehend aus EOS 70D und $f = 180 \text{ mm}$ Makroobjektiv, ist in Abbildung 36 zu sehen. Beide Datensätze wurden auf das Maximum ihrer Empfindlichkeitsverteilung normiert. Es wird ersichtlich, dass die unterschiedlichen Kalibrationsverfahren zu signifikanten Unterschieden in der gemessenen spektralen Empfindlichkeit führen. Die Kalibration mittels Colorchart und Basisfunktionen unterschätzt die spektrale Empfindlichkeit und tendiert zu einer früher beginnenden Flanke von 6 nm im blauen Kanal. Das kann zu Fehlern in der Berechnung der theoretischen Kontrastwerte und somit zu einer Falschzuordnung führen.

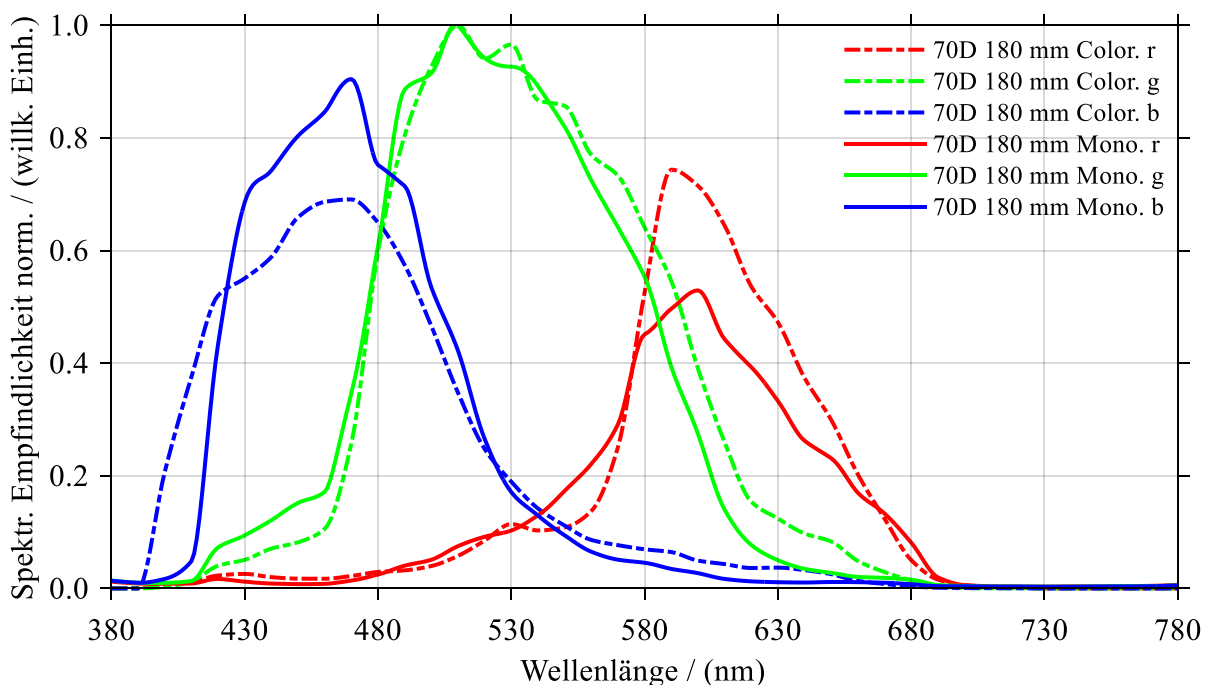


Abbildung 37: Spektrale Empfindlichkeit für die Kamerafarbkanäle RGB der Kamera EOS 70D mit angeflanschem 180 mm Makroobjektiv. Die spektralen Empfindlichkeiten sind unterschiedlich bestimmt worden. Die spektrale Empfindlichkeit, gemessen über den Colorchart (Color) und die Abbildung über Basisfunktionen, weicht signifikant von der Messung mittels Monochromator (Mono) ab.

Der grüne Kanal wird etwas breiter abgeschätzt, besitzt aber eine identische Peak-Position bei 509 nm , auch die spektrale Verteilung im grünen Kamerafarbkanal (KFK) liegt nahe beieinander. Die Empfindlichkeit des roten Kanals wird vor allem überschätzt. Da die Schichtdickenberechnung mittels Kontrastwert abläuft, ist die Absoluthöhe des Peaks nicht

¹⁷ Der Interpolationsbefehl lautet „interp1“, als Methode ist der kubisch hermetische Spline in der Version R2015a als „pchip“ hinterlegt.

relevant. Weil die direkte Messung bei Verwendung der Methode mit Colorchart und Basisfunktionen nicht möglich war, wird im weiteren Verlauf die spektrale Empfindlichkeit direkt unter Einsatz eines Monochromators bestimmt. Dies verspricht die besten Ergebnisse für die spektrale Empfindlichkeit, da hier Beleuchtungsspektrum, Intensität und Kameraantwort direkt gemessen werden. Diese spektrale Empfindlichkeit ist, wie bereits von Bornemann (2013; 2014) beschrieben, ein Produkt aus den optischen Abbildungseigenschaften des Objektivs und der spektralen Empfindlichkeit des Sensors. Um einen Überblick über den Einfluss der unterschiedlichen Objektive auf die spektrale Empfindlichkeit zu erhalten, wurde das System EOS 70D sowohl mit 180 mm Objektiv, als auch mit aufgesetztem telezentrischem Objektiv mittels Monochromator gemessen. Die Messergebnisse sind in Abbildung 38 dargestellt. Beide Datensätze wurden zunächst auf das globale Maximum aller Kamerafarbkanäle normiert. Die Maxima in den einzelnen Farbkanälen sind dabei nahezu identisch. Auch die Verläufe der Kurven sind ähnlich, vor allem im roten Kamerafarbkanal. Im grünen und blauen Kamerafarbkanal sind die Verläufe um das Maximum herum durch Unterschiede gekennzeichnet.

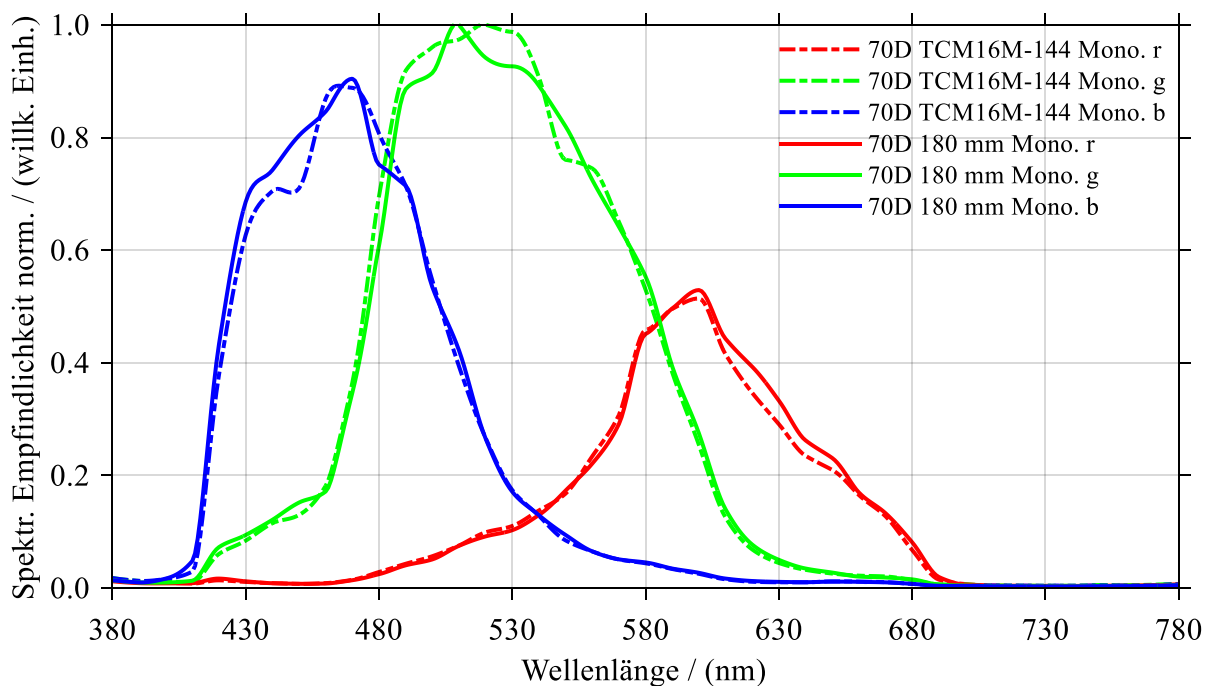


Abbildung 38: Vergleich der spektralen Empfindlichkeit für zwei verschiedene Objektive, aufgesetzt auf das Kamerasystem EOS 70D. Beide Datensätze wurden auf das Maximum der spektralen Empfindlichkeit normiert. Der gestrichelte Datensatz beschreibt die spektrale Empfindlichkeit mit aufgesetztem telezentrischem Objektiv, die durchgehende Linie den Datensatz mit aufgesetztem Makroobjektiv.

Meist werden die Objektive für einen bestimmten Einsatzzweck ausgelegt und berechnet. In der Umsetzung kommen verschiedene Beschichtungen auf Linsenelementen sowie deren unterschiedliche Anordnungen zum Einsatz. Dies führt zu Unterschieden in den optischen Transferfunktionen und somit auch in den Abbildungsleistungen der Objektive.

Da aufgrund der unterschiedlichen Bildausschnitte und der damit einhergehenden unterschiedlichen Auflösungen der Kamera-Objektiv-Kombinationen beide Kameras verwendet werden sollten, wurde neben dem Kamerasystem EOS 70D auch das Kamerasystem EOS 6D mittels Monochromator kalibriert. Allerdings wurde dieses nur in Verbindung mit dem telezentrischen Objektiv charakterisiert. Ein Vergleich der spektralen Empfindlichkeiten der beiden Sensor-Optik-Kombinationen ist in Abbildung 39 dargestellt. Obwohl das Objektiv identisch ist, weichen die spektralen Empfindlichkeiten aufgrund der unterschiedlichen Farbfilter voneinander ab. Nicht nur die Peakhöhe in den einzelnen Kamerafarbkanälen unterscheiden sich, sondern auch die Position sowie der Verlauf der spektralen Empfindlichkeit. Auf Basis der in diesem Kapitel gezeigten Daten wird ersichtlich, dass je nach Kamerasensor und verwendeter Optik die spektrale Empfindlichkeit neu vermessen und dem theoretischen Modell zur Berechnung der Kontrastwerte als Eingangsgröße zur Verfügung gestellt werden muss. Ein Vergleich mit Daten aus der Literatur belegt, dass die ermittelten spektralen Empfindlichkeiten gut mit veröffentlichten Daten übereinstimmen (Schwaebel et al., 2014).

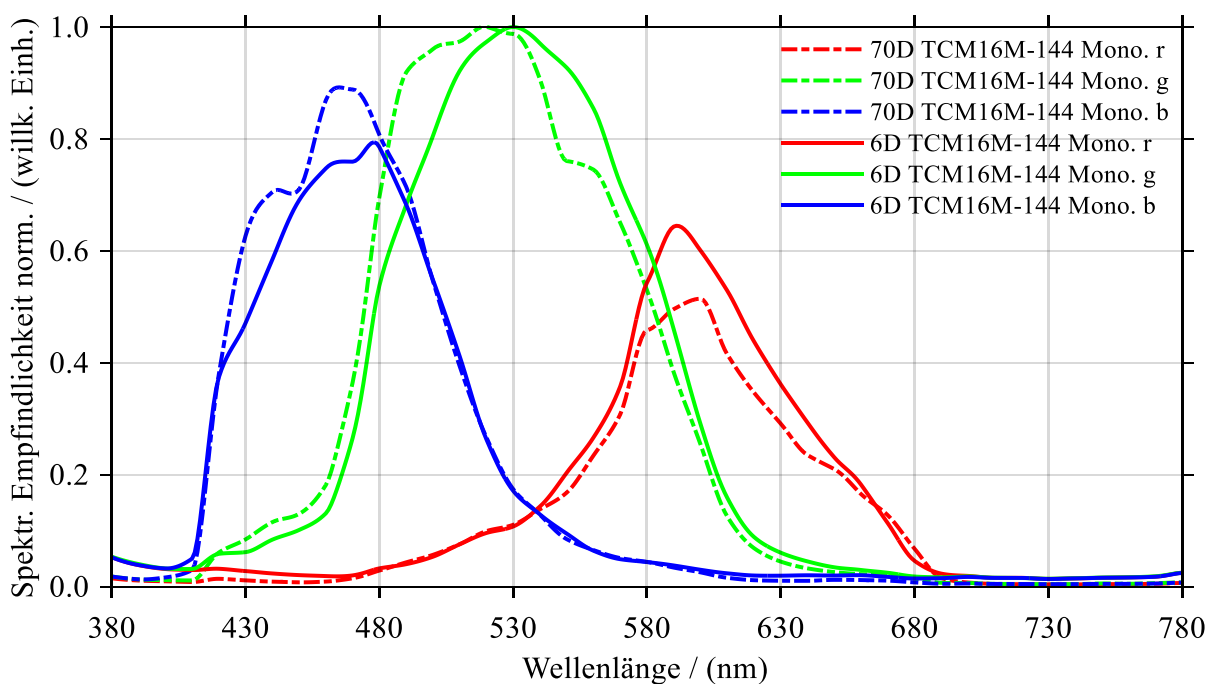


Abbildung 39: Vergleich der spektralen Empfindlichkeit der Kamerasysteme EOS 6D und EOS 70D bei Verwendung des gleichen telezentrischen Objektivs. Es sind deutliche Unterschiede, sowohl in Peak-Position, als auch im Verlauf der spektralen Empfindlichkeit in den einzelnen Kamerafarbkanälen zu sehen.

Ob jeder Kamerafarbkanal dabei auf das lokale oder das globale Maximum des ganzen Datensatzes normiert ist, spielt keine Rolle, da durch die Berechnung der Kontrastwerte bereits eine Normierung vorgenommen wird.

Um die Messung der spektralen Empfindlichkeit noch zu verbessern, wäre eine Homogenisierung der aufgenommen Leuchtfläche wünschenswert. Der Messbereich wird vom Monochromator und dem nachgeschalteten Kollimator inhomogen ausgeleuchtet, was zu einer starken Varianz der Intensitäten in einer Bildaufnahme führt. Abhilfe würde hier eine Ulbricht-Kugel schaffen, wie sie in den Aufbauten von Sigernes (2008; 2009) und Schwaebel (2014) integriert ist.

4.3.3 Systemempfindlichkeit

Mit der vorgestellten Multikanalbeleuchtung mit sieben Farbkanälen und einem achten RGB-Weiß-Farbkanal entstehen in Kombination mit einer RGB-Kamera 24 Kanäle, die zur Berechnung der Schichtdicke verwendet werden können. In der Theorie würde in einem optimalen System jeder dieser zusätzlichen Kanäle zur Minimierung der euklidischen Distanz beitragen. In der Praxis hat sich herausgestellt, dass die Auswahl zusätzlicher Kanäle das Ergebnis der Zuordnung verschlechtern kann. Abhängig von den Grundbedingungen der vorliegenden Messung, also Schichtdicke, Brechungsindex und gewählte Beleuchtung, gibt es Kanäle, die aufgrund des nicht idealen optischen Abbildungssystems nur noch unzureichende Informationen über Interferenzen enthalten, jedoch bei Berücksichtigung in der Distanzminimierung einen signifikanten Einfluss auf die Minimierung der euklidischen Distanz haben. Dies führt zu einer Falschberechnung der Schichtdicke. Um diesen Effekt zu minimieren, müssen diejenigen Kanäle definiert werden, die für die Detektion eines Interferenzsignals material- und schichtdickenabhängig ein geeignetes Signal erzeugen.

Auf Basis der in den vorhergehenden Kapiteln gezeigten Messdaten lässt sich eine so genannte Systemempfindlichkeit definieren (Ikes & Nestler, 1998; Klammer, 2017, S. 84). Sie ist ein guter Indikator dafür, welche Wellenlänge des Beleuchtungsspektrums ein auswertbares Signal erzeugt und für die Anwendung in multispektraler Bildgebung geeignet ist (Shrestha & Hardeberg, 2014b; Shrestha & Hardeberg, 2014a, 2015).

$$\psi_{k*i} = \Phi_k(\lambda) * L_i(\lambda) \quad (4.4)$$

Die Systemempfindlichkeit ψ_{k*i} setzt sich aus einer Faltung der spektralen Empfindlichkeit $\Phi_k(\lambda)$ und der spektralen Leistungsverteilung $L_i(\lambda)$ der Lichtquelle zusammen, wie in Gleichung (4.4) beschrieben. Um die Empfindlichkeit des Systems auf die Wellenlänge zu bestimmen, können die einzelnen Spektren miteinander multipliziert werden. Auf Basis sieben unterschiedlicher Beleuchtungsspektren und drei unterschiedlicher Kamerafarbkanäle lassen sich 21 unterschiedliche Systemempfindlichkeiten definieren, die zur Berechnung der minimalen euklidischen Distanz herangezogen werden können. Anhand der in Abbildung 40 dargestellten Systemempfindlichkeiten der verschiedenen Sensor-Optik-Systeme können Rückschlüsse auf die Kanäle mit optimiertem Antwortverhalten gezogen werden. Abbildung 40 a) stellt die Kombination aus EOS 6D und dem telezentrischen Objektiv TCM16-144 dar. Wie zu erwarten, zeigen die blauen Beleuchtungsfarbkanäle das beste Antwortverhalten im blauen Kanal der Kamera. Die grünen und roten Kamerafarbkanäle sind zwar auch in diesen Spektralbereichen empfindlich, die Verhältnisse der Peak Wellenlängen zum blauen Kamerafarbkanal sind allerdings deutlich unterschiedlich. Die grüne LED mit

Peakwellenlänge 526 nm ist erwartungsgeäß im grünen Kamerafarbkanal am sensitivsten, erzeugt aber auch ein starkes Signal im blauen Kamerafarbkanal.

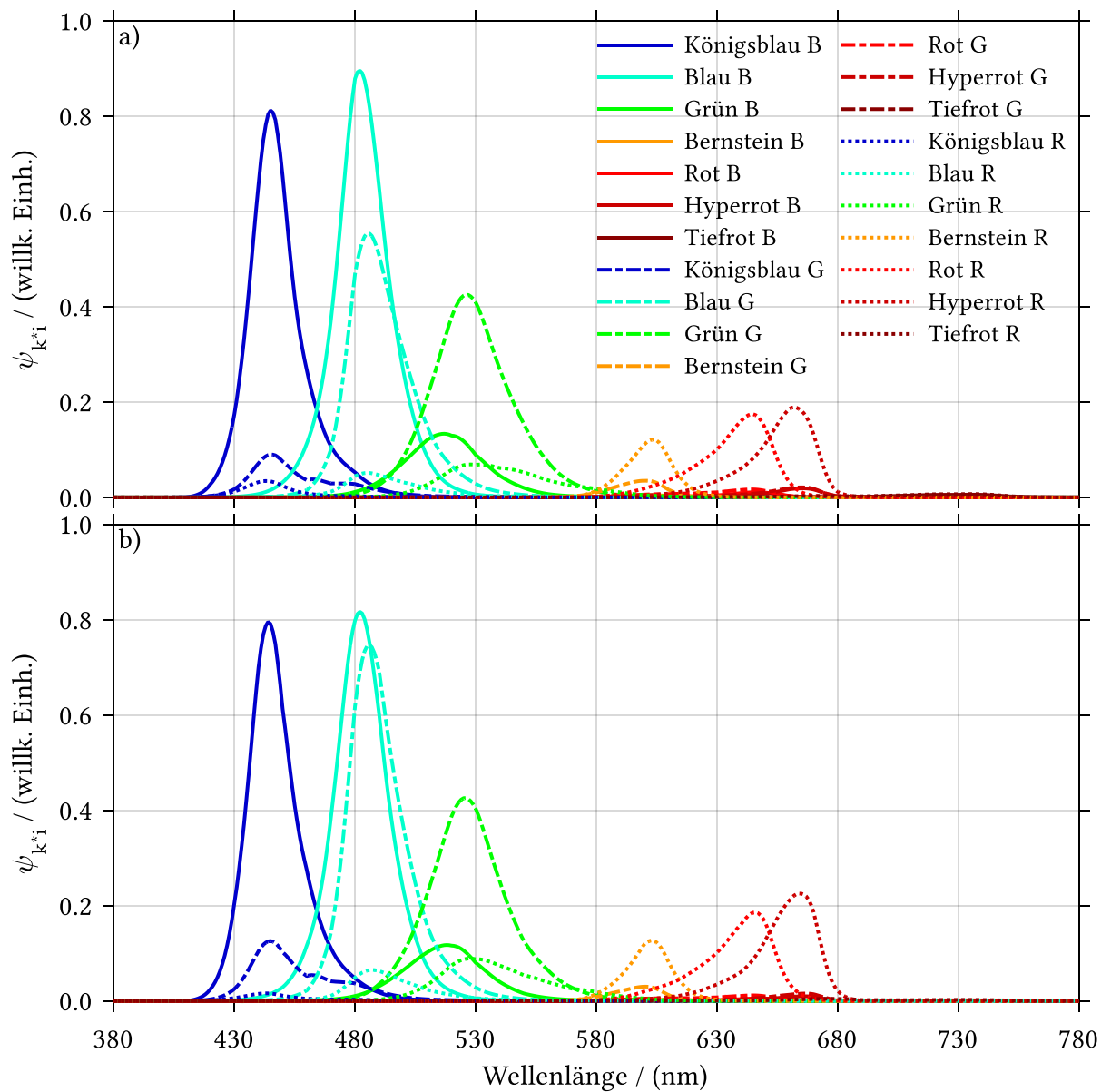


Abbildung 40: a) Systemempfindlichkeit des Sensor-Optik-Systems EOS 6D-TCM16-144. b) Systemempfindlichkeit des Sensor-Optik-Systems EOS 70D-TCM16-144.

Die bernstein-, rot- und hyperrotfarbigen LEDs erzeugen das größte Signal im roten Kamerafarbkanal. Der tiefrote Beleuchtungskanal findet im weiteren Verlauf dieser Arbeit keine Beachtung mehr, da dieser in Kombination mit den vorliegenden RGB-Sensoren nur wenig Signal verursacht. Gerade für die Beleuchtungskanäle mit Wellenlängen im Bereich $600 \text{ nm} - 700 \text{ nm}$ wird ersichtlich, dass diese in den blauen und grünen Kamerafarbkanälen ein zu vernachlässigendes Signal erzeugen, gut zu sehen an den gepunkteten Graphen in Abbildung 40 a) und b). Auch die roten Kamerafarbkanäle lassen bei Beleuchtung mit roten

Beleuchtungsspektren weniger Signal entstehen als die vergleichbaren blauen und grünen Systemempfindlichkeiten. Auf Basis dieser Überlegungen kommen für die weiteren Betrachtungen insgesamt acht Beleuchtungs (BFK)-Kamerafarbkanaalkombinationen (KFK) zum Einsatz.

Tabelle 5: Verwendete Kamerafarbkanal (KFK) - Beleuchtungsfarbkanal (BFK)-Kombinationen, die sich aus der Analyse der Systemempfindlichkeit ergeben haben.

KFK	B	B	G	G	R	R	R	RGB
BFK	Kb	B	B	G	A	R	HR	W

Um den Einfluss der gewählten Kanäle für die Minimierung der euklidischen Distanz zu demonstrieren, wird im Folgenden ein Beispiel, bestehend aus einer Schichtdickenmessung an einem ITO-Glas, gezeigt.

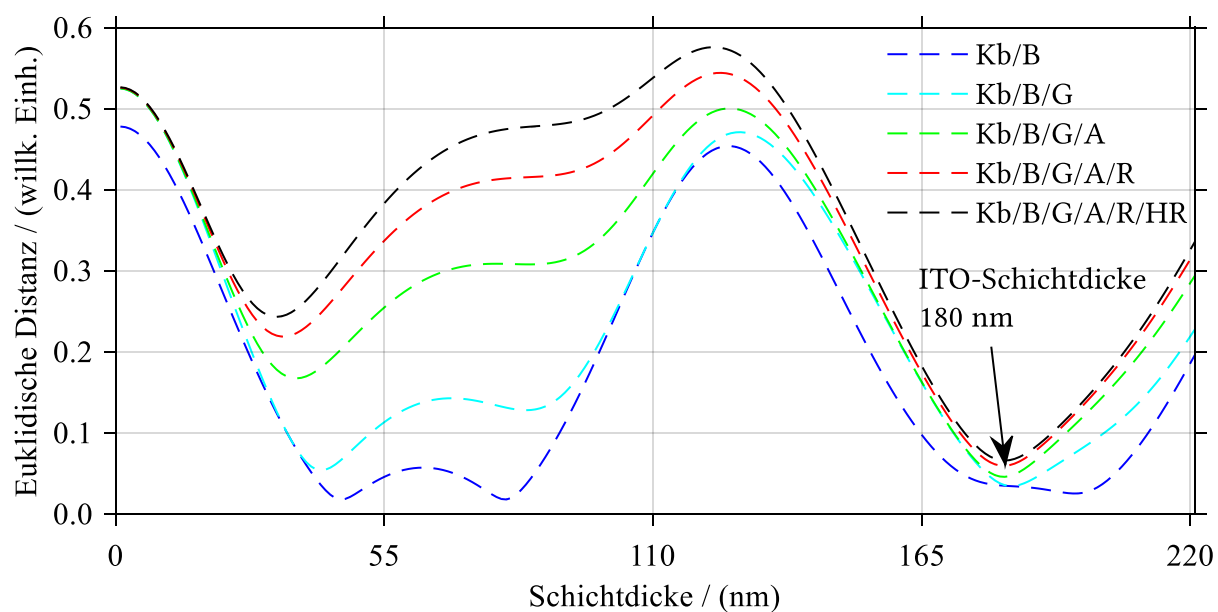


Abbildung 41: Euklidische Distanz eines experimentellen Kontrastwertes und der theoretischen, berechneten Kontrastwerte für einen Pixel einer gemessenen ITO-Probe. Zu sehen sind die euklidischen Distanzen als Funktion der hinzugeschalteten Beleuchtungskanäle. Die Kürzel stehen für die jeweils verwendeten Beleuchtungsfarbkanaäle (siehe Tabelle 4). Es wurden nur die Kanäle mit optimierter Empfindlichkeit verwendet. Aus taktilen Messungen konnte bestimmt werden, dass die Schichtdicke ca. $d \approx 180 \text{ nm}$ betragen muss.

Das sukzessive Hinzuschalten der Beleuchtungen verändert das Minimum der euklidischen Distanz stark. Das Minimum wandert dabei von ca. 50 nm für die beiden blauen Kanäle hin zur eigentlichen Schichtdicke von $d \approx 180 \text{ nm}$. Die Schichtdicke der ITO-Beschichtung wurde taktil gegengemessen. Schon bei Berücksichtigung der bernsteinfarbenen Beleuchtung

(A) verschiebt sich das Minimum hin zur korrekten Schichtdicke. Prinzipiell lässt sich festhalten, dass für die Messungen dickerer Schichten langwelligere Beleuchtungen besser geeignet sind. Dies geht aus den Formeln der klassischen Dünnschichtinterferenz und des gezeigten Modells hervor. Die Zuordnung zur korrekten Schichtdicke wird bei Berücksichtigung weiterer Kanäle nur noch wenig beeinflusst. Unter Hinzunahme des im Kapitel 4.2.1 und 4.2.2 gezeigten Beispiels PEDOT:PSS wird deutlich, dass für jedes Materialsystem, welches gemessen wird, abhängig von der zu erwartenden Schichtdicke und den optischen Eigenschaften¹⁸ eine passende Kombination von Kanälen ausgewählt wird. Dies wird im Rahmen dieser Arbeit experimentell durchgeführt. Dafür wird jeder Datensatz und der Einfluss der Beleuchtungs-/Kamerafarbkombination untersucht und anschließend das Optimum zur weiteren Bearbeitung gewählt.

4.3.4 Linearität des verwendeten CMOS-Sensors

Sowohl die Charakterisierung der spektralen Empfindlichkeit, als auch die Messung der Linearität des Sensors sind für das hier vorgestellte Messverfahren essentiell. Die Linearität beschreibt dabei nicht nur den linearen Anstieg des Graustufensignals mit der Anzahl der auf die Pixel auftreffenden Photonen, sondern auch den Anstieg der zeitlichen Varianz des Signals bei steigender Anzahl der absorbierten Photonen. Da die Wiederholgenauigkeit des Messverfahrens an die physikalischen Eigenschaften des bildgebenden Sensors gekoppelt ist, spielt die zeitliche Varianz des Graustufensignals eine erhebliche Rolle bei deren Berechnung. Die zeitliche Varianz des Graustufensignals fließt direkt in die Berechnung der experimentellen Kontrastwerte und somit in die Minimierung der euklidischen Distanz durch den Algorithmus ein. Das Modell kann nur dann an das optische Signal in Form der detektierten Intensität der Interferenz und Absorption angefitet werden, wenn das Antwortverhalten der Kamera über den gesamten Messbereich bekannt bzw. gemessen ist. Dazu gehören auch der Sättigungslevel und der so genannte Schwarzlevel der Kamera. Speziell für die Messungen in Transmission kann die Referenz mit maximal möglicher Belichtungszeit aufgenommen werden, um so den möglichen Messbereich auf das volle Graustufenspektrum auszulegen. Im Folgenden wird zur Kalibration stellenweise der so genannte EMVA 1288 Standard Release 3.1 der *European Machine Vision Association* verwendet. Dieser Standard wurde entwickelt, um eine einheitliche Basis zur Charakterisierung bildgebender Systeme zur Verfügung zu stellen, die alle relevanten Parameter eines Sensors charakterisiert (European Machine Vision Association, 2016). Dies erhöht die Vergleichbarkeit der am Markt erhältlichen Systeme. Da aufgrund der zur Verfügung stehenden Equipments nicht alle Messungen EMVA-konform durchgeführt werden konnten, wird im Folgenden nur auf die gemessenen Parameter Linearität, Responsivität, Systemverstärkung und deren Berechnung eingegangen. Dies dient vor allem

¹⁸ Die Brechungsindizes für die in Abbildung 41 gezeigte Messung sind in Abbildung 53 dargestellt.

der Überprüfung der Linearität der eigens umgesetzten Bilddatenverarbeitung. Nur wenn das System linear bezüglich Bilddatenverarbeitung arbeitet, können aus den gemessenen Intensitätsschwankungen Rückschlüsse auf die Schichtdicke gezogen werden. Für weitere Informationen zum EMVA Standard 1288 sei der Leser an dieser Stelle auf die einschlägige Literatur verwiesen (European Machine Vision Association, 2016; Klammer, 2017).

Als problematisch bei der Ermittlung der einzelnen Kenngrößen hat sich sowohl das vorhandene Equipment, als auch die zu vermessende Kamera herausgestellt. Entgegen des Standards konnte keine Lichtquelle mit homogener Leuchtfläche eingesetzt werden, da nicht vorhanden. Aufgrund dessen wurde der bereits in Kapitel 4.3.2 beschriebene Aufbau mit Monochromator verwendet. Die zu vermessende bildgebende Einheit Canon EOS 70D wurde an Stelle der Photodiode FDS100 mittels Monochromator belichtet. Um die Intensität zu verringern, wurde in den Strahlengang ein zusätzlicher ND3-Filter (Thorlabs, 2018) eingesetzt. Anschließend wurden alle Belichtungsstufen der Kamera durchgeföhren und jeweils zwei Bilder aufgenommen. Die Messroutine wurde bei 450 nm , 520 nm und 590 nm wiederholt. Die angegebenen Wellenlängen entsprechen dem Maximum der spektralen Empfindlichkeit in den jeweiligen RGB-Kamerafarbkanälen.

Zunächst wurde die Linearität des Sensors untersucht. Hierzu wurden bei 54 unterschiedlichen Belichtungszeiten jeweils zwei Aufnahmen unter Beleuchtung und zwei Dunkelaufnahmen aufgenommen. Alle Aufnahmen wurden ohne Objektiv durchgeföhrt. Anschließend wurde nach EMVA-Standard 1288 (2016, S. 15) der mittlere Grauwert μ_y in (DN) der beleuchteten und der Dunkelaufnahme nach untenstehender Gleichung berechnet.

$$\mu_y = \frac{1}{2NM} \sum_{m=1}^M \sum_{n=1}^N (ROI_{m,n}^1 + ROI_{m,n}^2) \quad (4.5)$$

Die „Region of Interest“, kurz ROI, beschreibt den Teil des Sensors, der bei Beleuchtung ausgeleuchtet wird. Aufgrund der vorhandenen Versuchsanordnung entsprach das nicht der gesamten Sensorfläche, sondern lediglich ca. 13,1 %. Um Informationen über die Linearität des Sensors zu erhalten, wurde der mittlere Grauwert μ_y gegen die Anzahl der auf den Sensor auftreffenden Photonen dargestellt. Die Anzahl der auf den Sensor auftreffenden Photonen μ_p wurde über die Belichtungszeit $t / (ms)$, die Pixelgröße $A / (\mu m^2)$ und die von der Lichtquelle abgestrahlte Leistungsdichte $E / \left(\frac{W}{m^2}\right)$ berechnet. Die Pixelgröße A wurde über die Anzahl der Pixel und die Sensorfläche ermittelt, die abgestrahlte Leistungsdichte E über eine Photodiode gemessen.

$$\mu_P = \frac{\lambda A E t_{int}}{hc} = 50,34 * A (\mu m^2) * t_{int} (ms) * \lambda (\mu m) * E \left(\frac{\mu W}{cm^2} \right) \quad (4.6)$$

Die Berechnung der Anzahl der Photonen, zu sehen in Gleichung (4.6), wurde aus dem EMVA Standard 1288 (2016, S. 5) entnommen. Alle relevanten Parameter zur Ermittlung der Anzahl der auftreffenden Photonen wurden entweder gemessen, oder aus den Rohdaten der Kamera ausgelesen. Da ein Teil der Graustufen als so genanntes Dunkelsignal durch verschiedene Rauschquellen erzeugt wurde, musste μ_y noch um das Dunkelsignal korrigiert werden.

$$\mu_y - \mu_{y,dunkel} = K \eta \mu_P \quad (4.7)$$

Aus Gleichung (4.7) lässt sich die Responsivität des Kamerasensors $R = K \eta$ aus der Steigung der Gerade berechnen. K beschreibt die Systemverstärkung, η die Absorptionswahrscheinlichkeit eines Photons.

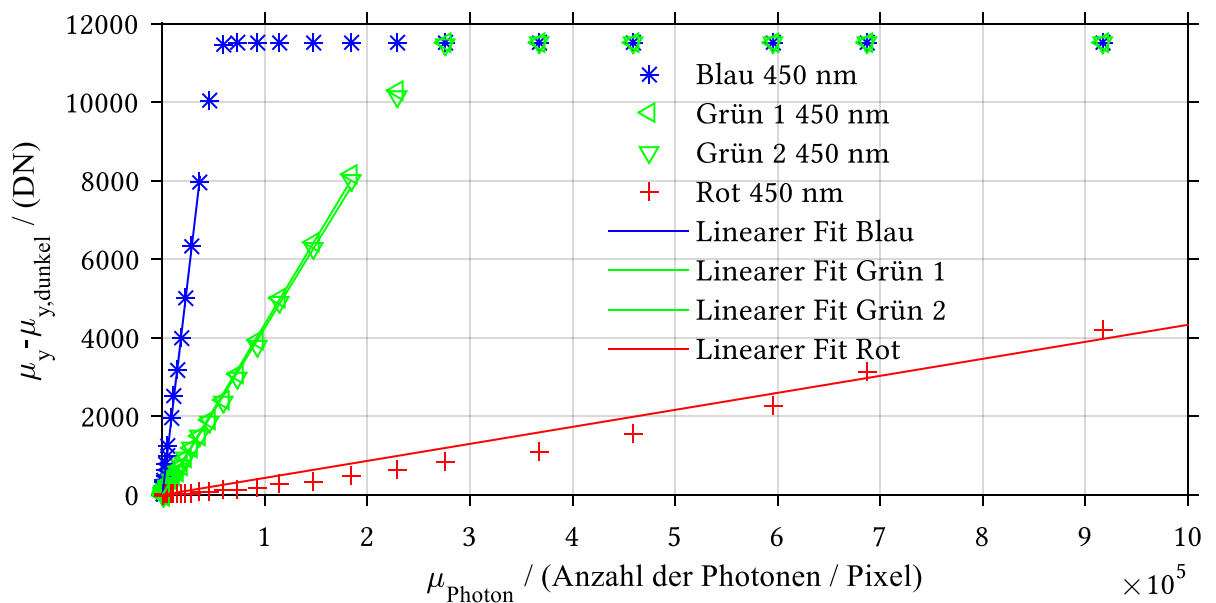


Abbildung 42: Das mittlere Graustufensignal, korrigiert um das mittlere Dunkelsignal, aufgetragen gegen die Anzahl der auf den Sensor auftreffenden Photonen. Jede Information für alle vier Kanäle wurde aus dem unbearbeiteten Graustufenbild des Sensors entnommen. Der Sensor wurde mit 450 nm beleuchtet. Die Geraden zeigen die lineare Regression durch den Ursprung, die Symbole die Messwerte.

Die in Abbildung 42 dargestellten Daten zeigen das mittlere, um das Dunkelsignal korrigierte Graustufensignal, aufgetragen gegen die Anzahl der auf den Sensor auftreffenden Photonen. Wie zu erwarten, ist die Responsivität des blauen Kanals bei Beleuchtung mit 450 nm am höchsten, gefolgt von den beiden grünen und dem roten Kamerafarbkanal. Die linearen Regressionen wurden, wie vom Standard vorgeschlagen, von 0% – 70% der maximalen

Sättigung berechnet. Der Sättigungslevel des Sensors beträgt 11534 *DN*. Auf Basis des gemessenen Sättigungslevels können im weiteren Verlauf die Belichtungszeiten für die Aufnahme bei Messungen dünner Schichten in Transmission und Reflexion optimiert werden. Die Referenzen in Transmission können dementsprechend abhängig von der Systemempfindlichkeit so belichtet werden, dass der Sättigungslevel gerade nicht erreicht wird. Bei Messungen in Reflexion ist darauf zu achten, dass die Ausleuchtung der Referenz ein Grauwertsignal erzeugt, das sich ca. bei 50% des Sättigungslevels bewegt. Somit ist bei Aufnahme in Reflexion gewährleistet, dass die Intensitätsschwankung, die durch die Interferenz dünner Schichten erzeugt wird, den maximalen Dynamikbereich abdeckt.

Tabelle 6: Übersicht der aus den Messdaten berechneten Responsivität sowie deren Fitparameter.

Kamerafarbkanal	Wellenlänge Monochromator / (<i>nm</i>)	Responsivität $R / (\frac{DN}{P})$	R^2
Blau	450	0,2210	0,9991
Grün 1	450	0,0436	0,9994
Grün 2	450	0,0426	0,9992
Rot	450	0,0043	0,9734

Die in Tabelle 6 dargestellten Daten beinhalten die Fitparameter sowie die berechnete Responsivität der einzelnen Kamerafarbkanäle bei einer Beleuchtung mit 450 *nm*. Analog zur hier gezeigten Vorgehensweise wurden auch alle anderen Kamerafarbkanäle bei einer Beleuchtung mit 520 *nm* und 590 *nm* charakterisiert. Die Messdaten und Ergebnisse sind in Anhang A.1 zu finden. Die Responsivität des blauen Kamerafarbkanals bei 450 *nm* Beleuchtung beträgt $R = 0,221 \frac{DN}{p}$. Allen Daten gemein ist die Tatsache, dass die beiden grünen Kamerafarbkanäle in allen drei Beleuchtungsspektren sensitiv sind, während der rote und der blaue Kamerafarbkanal in den komplementären Beleuchtungsspektren eine deutlich niedrigere Responsivität aufweisen.

Es wird im Folgenden eine so genannte Linearitätsanalyse durchgeführt, um den Linearitätsfehler genauer beurteilen zu können. Hierzu wird nach EMVA Standard die Differenz der Messpunkte und der linearen Regression gebildet und anschließend mit der linearen Regression normiert. Beispielhaft ist in Abbildung 43 der Linearitätsfehler aller RGB-Kanäle bei Beleuchtung mit einer Wellenlänge von 450 *nm* gezeigt. Auf der Abszisse ist die Anzahl der auf den Sensor auftreffenden Photonen aufgetragen, auf der Ordinatenachse der Fehler der Linearität in %. Der blaue und der grüne Kamerafarbkanal weisen den geringsten Linearitätsfehler auf. Entgegen des EMVA 1288 Standards wird der Linearitätsfehler im

Folgenden als Standardabweichung aller Messwerte zur 0 % Linie berechnet. Dies liegt daran, dass aufgrund der Berechnung im EMVA 1288 Standard die starken Messausreißer bei geringer Photonenzahl zu einer schlechten Linearität führen, obwohl diese ab ca. 100 *Photonen/Pixel* stabil wird. Der Linearitätsfehler im blauen Kamerafarbkanal beträgt $LE_{std,b} = 3,61 \%$ und $LE_{std,G1/G2} = 4,94 \%$. Der Linearitätsfehler ist am geringsten in einem Bereich von $10^2 - 10^5$ Photonen / Pixel. Die weiteren Messreihen zum Linearitätsfehler bei Beleuchtung mit 520 nm und 590 nm sind im Anhang A.2 zu finden.

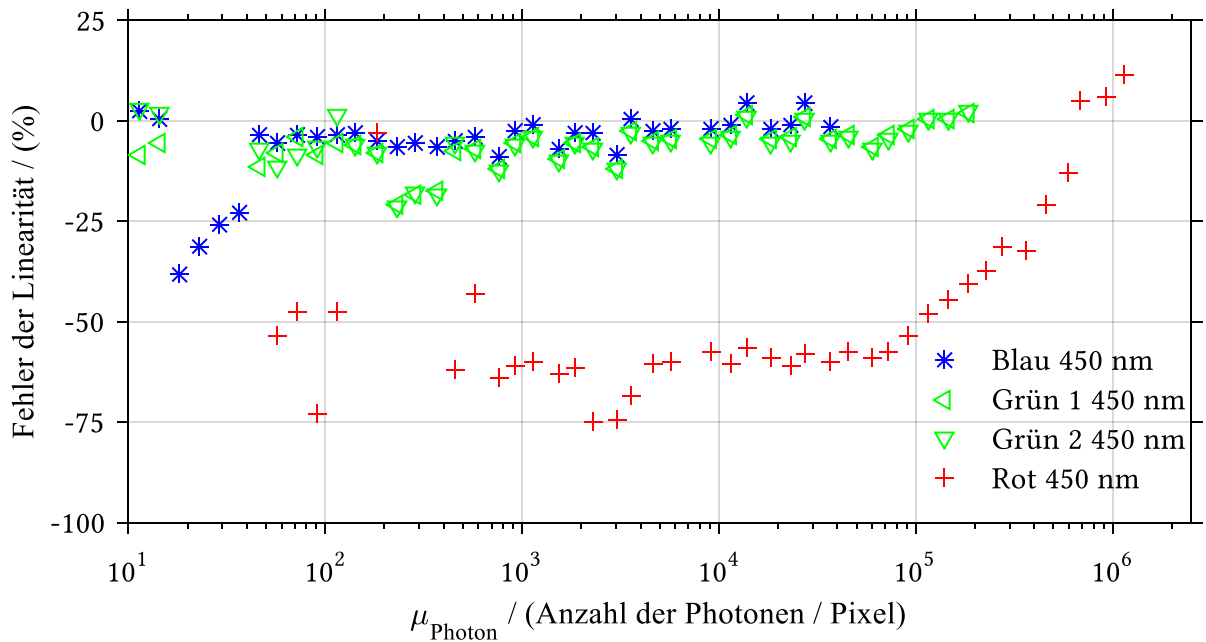


Abbildung 43: Fehler der Linearität des CMOS-Sensors der Kamera Canon EOS 70D für alle Kamerafarbkanäle. Die beiden grünen Kanäle zeigen bis auf einige wenige Datenpunkte ein kongruentes Bild. Den geringsten Fehler der Linearität weisen die Messdaten des blauen Kamerafarbkanals auf. Die Standardabweichung der Linearität im blauen Kanal beträgt $LE_{std,b} = 3,61 \%$

Die Linearitätsfehler der Kamerafarbkanäle mit der höchsten Systemempfindlichkeit betragen bei Beleuchtung mit 520 nm Wellenlänge $LE_{std,B} = 3,94 \%$, $LE_{std,G1/G2} = 3,15 - 3,17 \%$, $LE_{std,R} = 17,24 \%$. Der bereits bei Beleuchtung mit 450 nm auftretende Effekt, dass der Kamerafarbkanal mit geringster Systemempfindlichkeit den höchsten Linearitätsfehler aufweist, zeigt sich auch bei Beleuchtung mit 590 nm. Der Linearitätsfehler beträgt im blauen Kamerafarbkanal $LE_{std,B} = 11,96 \%$, im grünen Kamerafarbkanal $LE_{std,G1/G2} = 6,83 - 8,96 \%$ und im roten Kamerafarbkanal $LE_{std,R} = 4,33 \%$. Es lässt sich festhalten, dass der Linearitätsfehler gering ist, sobald die Kamerafarbkanäle mit der passenden Beleuchtung kombiniert werden. Dies ist eine Erkenntnis, die direkt in der Messroutine umgesetzt werden kann. Es dürfen nur Beleuchtungs-Kamerafarbkanal-Kombinationen mit hoher Systemempfindlichkeit verwendet werden. An dieser Stelle sei noch erwähnt, dass entgegen

der EMVA 1288 die Abstände der Belichtungszeiten nicht linear äquidistant verteilt sind. Das liegt an der Tatsache, dass diese kameraseitig immer nur verdoppelt werden können. Somit bietet sich eine logarithmische Darstellung in Abbildung 43 an.

4.3.5 Charakterisierung der Systemverstärkung

Das zeitlich variierende Rauschen ist einer der Schlüsselfaktoren für die Wiederholgenauigkeit des Systems. Diese Wiederholgenauigkeit hängt von der einzig experimentell bestimmbar Größe - dem Signal des CMOS-Sensors - ab. Zeigt dieser ein Rauschen, so rauschen auch die aus den experimentellen Daten gewonnenen Kontrastwerte und daher auch der Schichtdickenabgleich mittels Minimierung der euklidischen Distanz. Aus diesem Grund wird unter Annahme des linearen Kameramodells aus der EMVA 1288 die nach EMVA-Standard 1288 (2016, S. 15–17) vorgestellte Photon-Transfer-Methode (Janesick, 2007) verwendet. Diese ermöglicht es, sowohl das Rauschverhalten, als auch die Systemverstärkung der Kamera zu quantifizieren. Ein Beispiel für die Anwendung dieser Methode ist bei Klammer (2017) zu finden.

Das Rauschen ist dominiert durch das so genannte Schrotrauschen des Sensors. Der von Walter Schottky erstmalig beschriebene Schroteffekt (Schottky, 1918) behandelt die statistische Schwankung von Elektronen in Kathodenröhren. Analog dazu schwankt die Anzahl der Elektronen, die in einem Pixel durch Absorption erzeugt werden. Dieser Prozess folgt aufgrund seiner quantenmechanischen Natur der Poissonverteilung. Das Rauschen einer Kamera setzt sich allerdings aus mehreren Bestandteilen zusammen: dem Schrotrauschen, das allen Kameras gemein ist, dem Quantisierungsrauschen, welches durch die Quantisierung im Analog-Digital-Wandler entsteht und dem Rauschen, welches durch Verstärkung und Auslesen der einzelnen Pixel verursacht wird. Für eine genaue Erklärung sei auf den EMVA 1288 Standard (2016, S. 6) verwiesen. Um eine quantitative Aussage über die Systemverstärkung tätigen zu können, wird die um das Dunkelsignal korrigierte Varianz gegen um das Dunkelsignal korrigierte Graustufen aufgetragen.

$$\sigma_y^2 - \sigma_{y,dunkel}^2 = K(\mu_y - \mu_{y,dunkel}) \quad (4.8)$$

Aus der Steigung der linearen Regression lässt sich die Systemverstärkung berechnen. Zusätzlich kann das Rauschverhalten der Kamera analysiert werden. Dieser Zusammenhang ist in Gleichung (4.8) dargestellt und wurde aus dem EMVA Standard 1288 (2016, S. 16) entnommen.

Für die Messung der zeitlichen Varianz des Messsignals gegenüber den Grauwerten hat sich die Verwendung des Monochromators als untauglich erwiesen. Zunächst wurde zur Messung der zeitlichen Varianz ein identischer Messaufbau wie zur Messung der spektralen

Empfindlichkeit verwendet. Da die räumliche Inhomogenität des Monochromators mit $\Delta E = 15,26\%$ deutlich über den geforderten 3% lag, führt dies zu starken Abweichungen in der Linearität der Varianz. Stattdessen wurde eine LED-Panel-Beleuchtung verwendet. Das Spektrum und der Typ der LED-Beleuchtung können bei Pries (2014) und Ryklin (2015) nachgelesen werden. Um die Leuchtfläche noch weiter zu homogenisieren, wurde zusätzlich auf die Leuchtfläche eine Opalglasscheibe von Edmund Optics aufgelegt, die Kamera wurde in einem Abstand von 305 mm positioniert. Anschließend wurden sechs Messreihen mit allen Belichtungszeiten aufgenommen. Obwohl die Homogenität der Leuchtfläche mit $\Delta E = 7,5\%$ schon deutlich besser ist, sind die Messdaten nicht über den vollen Messbereich linear. Allerdings kann anhand der in Abbildung 44 dargestellten Messdaten mittels linearer Regression die Systemverstärkung berechnet werden.

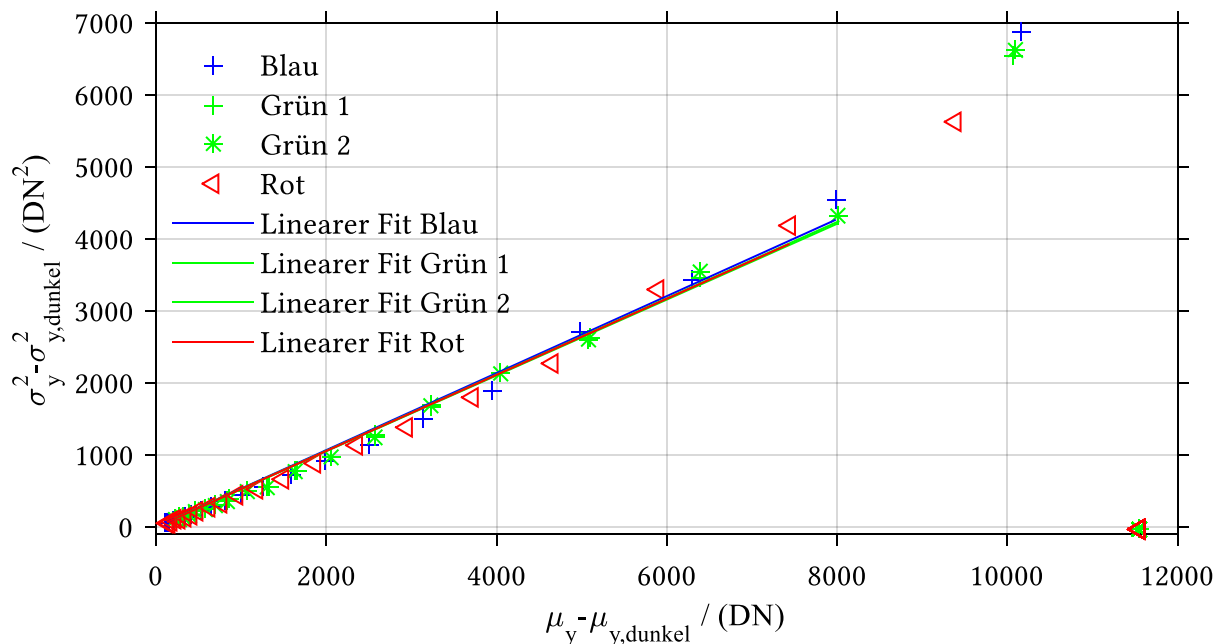


Abbildung 44: Dunkelsignal korrigierte Varianz, aufgetragen gegen den Dunkelsignal korrigierten Mittelwert in Graustufen. Zu sehen ist ein lineares Verhalten bis zu einem Wert von ca. 8000 DN . Aufgrund des nicht linearen Verhaltens für hohe Graustufenwerte wird der lineare Fit nur für den linearen Messwertebereich durchgeführt. Die Systemverstärkung, berechnet aus den Steigungen der linearen Fits, beträgt hierbei $K = (0,5289 \pm 0,0034) \frac{\text{DN}}{e^-}$.

In Abbildung 44 ist die Dunkelstrom korrigierte Varianz gegen den mittleren, Dunkelstrom korrigierten Graustufenwert aufgetragen. Die Messdaten sind dabei Kamerafarbkanal übergreifend bis ca. 8000 DN linear, bevor die Varianz nicht linear ist und anschließend aufgrund der Sättigung des Sensors gegen 0 DN geht. Wie auch schon in der Überprüfung der Linearität ist hier problematisch, dass die Belichtungszeiten logarithmisch verteilt sind, so dass im unteren Bereich sehr viele Messpunkte und im oberen Bereich der Grauwerte nur einige wenige Messpunkte vorhanden sind. Damit lässt sich das nicht lineare Verhalten bei

konstanter Beleuchtungsstärke nur unzureichend untersuchen. Trotzdem kann auf Basis der linearen Messdaten eine relevante Systemverstärkung bestimmt werden. Die lineare Regression wurde hierfür durch den Ursprung gelegt und anschließend bis ca. 8000 DN an die Messdaten angepasst. Die aus der Steigung der linearen Regression nach Gleichung (4.9) bestimmte Systemverstärkung¹⁹ beträgt $K = (0,5289 \pm 0,0034) \frac{DN}{e^-}$ und ist Kamerafarbkanal unabhängig.

Tabelle 7: Systemverstärkung K der verschiedenen Kamerafarbkanäle sowie die Güte der linearen Regression.

Kamerafarbkanal	Systemverstärkung $K / (\frac{DN}{e^-})$	R^2
Blau	0,5346	0,6312
Grün 1	0,5265	0,5657
Grün 2	0,5295	0,5718
Rot	0,5285	0,6067

In Tabelle 7 ist die Systemverstärkung und die zugehörige Fitgüte zu sehen. Die Fitgüte wird über das Bestimmtheitsmaß R^2 der linearen Regression definiert. Auffällig ist dabei, dass die Fitgüte mit 0,57 – 0,63 nicht so gut wie die Fitgüte der Linearitätsuntersuchung in Tabelle 6 ist. Bei genauerer Betrachtung der Rohdaten ist auffällig, dass die Varianz und der Mittelwert der Dunkelsignale der Kamera mit zunehmender Belichtungszeit nicht ansteigen. Dies spricht für eine kamerainterne Dunkelsignalkorrektur. Auffällig hierbei ist auch ein sprunghafter Anstieg um eine Graustufe ab einer Belichtungszeit von 1 s. Die Messdaten hierfür sind im Anhang A.2 zu finden. Die Systemverstärkung liegt in guter Übereinstimmung mit bereits veröffentlichten Daten von Comolli (2012). Dort wurde die Systemverstärkung des Vorgängermodells EOS 60D²⁰ bestimmt. Die Systemverstärkung dieses vergleichbaren Kamerasystems liegt bei $K \approx 0,5 \frac{DN}{e^-}$. Auf Basis der gewonnenen Daten lässt sich die Quanteneffizienz des Gesamtsystems erfassen. Diese wird nach EMVA Standard 1288 (2016, S. 17) berechnet.

$$\eta = \frac{R}{K} \quad (4.9)$$

¹⁹ Die Messungen wurden mit aufgesetztem Objektiv durchgeführt. Die Aufnahmeparameter waren $ISO = 100$, $F = 4.0$. Die Bilder wurden mittels vorgestellter Bildentwicklung verarbeitet.

²⁰ Die Messung wurde bei unterschiedlichen ISO-Stufen durchgeführt.

Die Systemverstärkung K und die Responsivität R wurden entgegen der Vorgaben des Standards mit unterschiedlichen Messaufbauten bestimmt: die Responsivität mittels Monochromatoraufbau; die Systemverstärkung über einen einfachen Aufbau mit breitbandiger, weißer LED-Beleuchtung. Da die Systemverstärkung allerdings Kamerafarbkanal unabhängig ist, kann die Quanteneffizienz über Gleichung (4.10) für alle Kamerafarbkanäle bestimmt werden. Dabei werden nur die Daten aus der Responsivität verwendet, die bei passender Beleuchtung des Monochromators ein Maximum in der Systemempfindlichkeit aufweisen.

Tabelle 8: Quanteneffizienz des Kamerasensors, berechnet aus Systemverstärkung und Responsivität. Die Berechnung erfolgte für die Peakwellenlängen der monochromatischen Messungen.

Kamerafarbkanal	Systemverstärkung $K / (\frac{DN}{e^-})$	Responsivität $R / (\frac{DN}{p})$	Quanteneffizienz $\eta / (\frac{e^-}{p})$
Blau	0,5289	0,2210	0,4178
Grün 1	0,5289	0,2468	0,4666
Grün 2	0,5289	0,2466	0,4662
Rot	0,5289	0,1404	0,2654

Die berechnete Quanteneffizienz ist, wie zu erwarten, im grünen Kamerafarbkanal am höchsten, gefolgt vom blauen und roten Kamerafarbkanal. Auf Basis der gemessenen Daten kann der Kamerasensor hinsichtlich der Eignung im vorgestellten Messsystem beurteilt werden. Einige Messdaten konnten für den verwendeten Kamerasensor nicht aufgenommen werden, da der Sensor und die nachgeschaltete Elektronik eine Dunkelsignalkorrektur vornehmen, auf die kein Einfluss genommen werden kann.

Zusammenfassend kann festgestellt werden, dass der Sensor aufgrund der Linearität und des Rauschverhaltens für den vorgestellten Aufbau geeignet ist, sofern die Bilddatenverarbeitung auf Basis des unbearbeiteten Rohbildes und des in Kapitel 4.2.9 vorgestellten Ablaufs erfolgt. Die Verwendung der herstellereigenen Software zur Umwandlung der Rohdaten hat zu nicht reproduzierbaren Ergebnissen geführt.

4.3.6 Optische Auflösung des Messaufbaus

Aufgrund der Zerlegung der Kamerarohdaten ohne Demosaicing wird die eigentliche Anzahl der Pixel des bildgebenden Systems von ursprünglich 20 MP auf 5 MP verringert. Das führt im nachfolgenden Schritt auch zu einer Minderung der resultierenden Auflösung. Neben der

Bildverarbeitung spielen das Objektiv und das Format des Sensors eine entscheidende Rolle für die resultierende Auflösung des optischen Systems. Häufig wird die sogenannte Modulationstransferfunktion verwendet, um das Abbildungsvermögen eines optischen Systems zu vermessen. Dazu werden Linienpaare unterschiedlicher Helligkeit mit verschiedenen Frequenzen abgebildet. Anschließend wird der Quotient aus bildseitig gemessener und objektseitig abgebildeter Amplitude bestimmt. (Jähne, 2012, S. 101–103)

Um ein Maß für die Qualität der optischen Auflösung zu erhalten, wurde diese durch ein Auflösungstestbild (Edmund Optics, 2018a; Standardization Division, Armed Forces Supply Support Center, 1959) ermittelt. Der Standard besteht aus einer 1,5 mm dicken und 2" x 2" großen Glasplatte, die mit Linienpaaren unterschiedlicher Abstände aus Chrom bedampft ist. Diese sind in Gruppen und Elementen sortiert und dienen als Indikator für die Auflösung. Um die Auflösung für beide Messarten zu bestimmen, wird sowohl in Transmission, als auch in Reflexion gemessen. Die Auflösung wird für jeden Beleuchtungskanal aus den Bilddaten errechnet. Hierzu werden die Aufnahmen allerdings nur in den Kanälen mit der höchsten Systemempfindlichkeit berücksichtigt. Um die Bilddaten auswerten zu können, wird im Folgenden als Referenzwert der 50 % -Kontrast eingeführt. Als Kontrast wird dabei die Differenz zwischen dem Grauwert einer abgebildeten Linie und dem des Hintergrundes definiert. Das bedeutet, das System besitzt die Auflösung, sofern es ein Linienpaar noch mit mindestens 50 % des Kontrasts auflösen kann. Um eine statistische Aussage treffen zu können, wird entlang einer Linie gemittelt. Vorhandene Messunsicherheiten werden über eine Fehlerfortpflanzung berücksichtigt. Die üblicherweise verwendete Methode, dass der Abfall der Amplitudenverhältnisse über die Linienpaarfrequenz aufgetragen und anschließend ausgewertet wird (Jähne, 2012, S. 103; Pedrotti, 2005, S. 757), ist nicht möglich, da der hier verwendete Auflösungsstandard nur diskrete Linienpaarabstände erlaubt.

Aufgrund des Formatfaktors zwischen den beiden Kamerasystemen EOS 6D und EOS 70D wurde für das System EOS 6D Gruppe 2 mit den Elementen 2 - 6, für das Kamerasystem EOS 70D die Gruppe 3 mit den Elementen 1 - 6 ausgewertet.

Die Ergebnisse der Messungen für beide Kamerasysteme sind in der folgenden Abbildung 45 dargestellt. Die Farben der Messpunkte entsprechen dem bereits eingeführten Farbcode der Beleuchtungen (siehe Abbildung 35). Die Abbildungen a) und c) zeigen die Messdaten für die Auflösung des Kamerasystems EOS 6D in Reflexion und in Transmission. Auffällig ist, dass die Auflösungskenndaten für Messungen in Transmission deutlich enger zusammenliegen. Dort beträgt die Auflösung des Kamerasystems für das fünfte Element der zweiten Gruppe $6,35 \frac{lp}{mm}$. Die Auflösung des Systems in Reflexion streut über die Beleuchtungen hinweg deutlich stärker und zeigt kein einheitliches Bild. Die höchste Auflösung lässt sich in den beiden blauen und im roten Beleuchtungskanal feststellen, sie liegt bei $7,13 \frac{lp}{mm}$. Ein großer

Einflussfaktor ist diesbezüglich die in Kapitel 4.2.9 vorgestellte Bilddatenverarbeitung. Das Übereinanderlegen der einzelnen Kamerafarbkanäle zu einem vollwertigen RGB-Datensatz reduziert die Auflösung künstlich, obwohl es technisch möglich ist, durch Demosaicing des RGB-Triplets eine höhere Auflösung zu erzeugen. Dies würde allerdings auch zu deutlich größeren Datensätzen und zu einer Interpolation führen. Das soll vermieden werden, um keine künstlich generierten Informationen zu verarbeiten. Die Auflösung des Kamerasystems EOS 70D beträgt in Reflexion (b) $10,1 \frac{lp}{mm}$ und $11,3 \frac{lp}{mm}$ für Messungen in Transmission. Dies entspricht dem Formatfaktor des Kamerasystems EOS 70D von 1,6. Generell lässt sich festhalten, dass die Auflösung für den königsblauen Farbkanal Kamerasystem- und somit Formatfaktor unabhängig maximal $7,13 \frac{lp}{mm}$ beträgt.

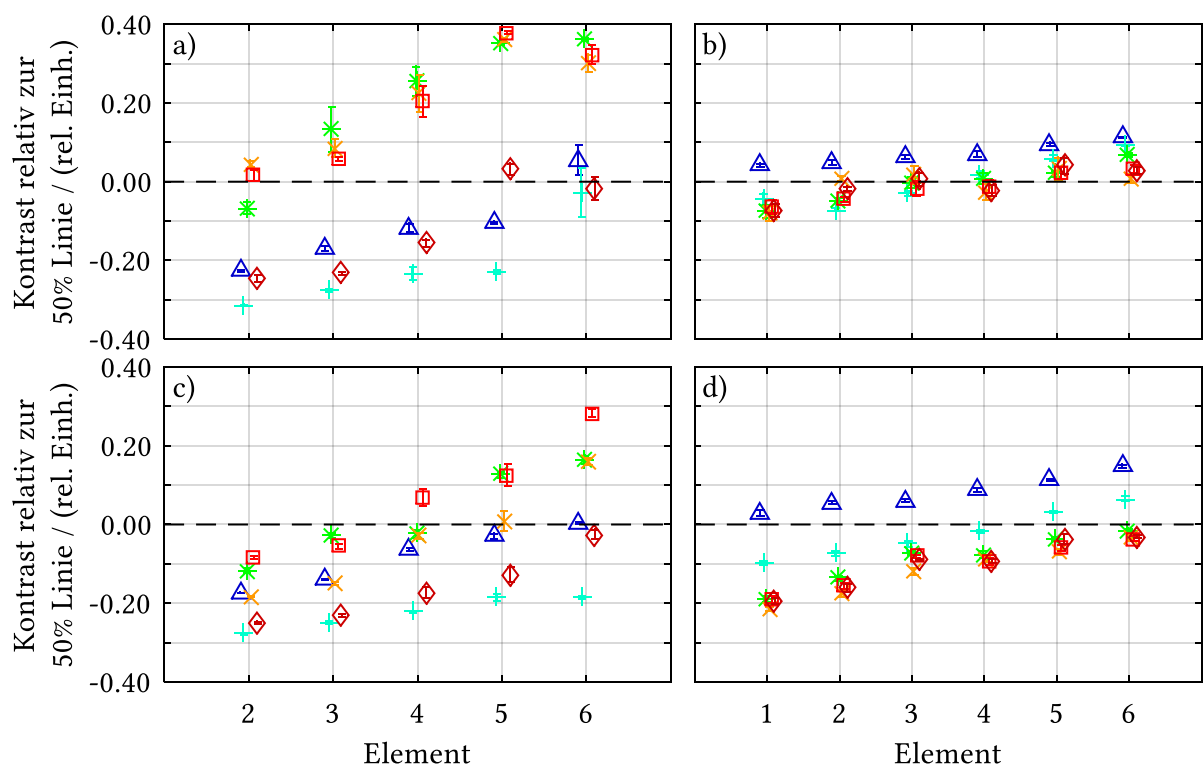


Abbildung 45: Auflösungsvermögen in Reflexion a), b) und Transmission c), d) für beide Sensorformate (EOS 6D a),c) und EOS 70D b),d)). Ein negativer Wert bedeutet dabei, dass das Kamerasystem dieses Element noch auflösen kann. Als Bezug dient hierfür eine Linie, die genau 50 % der Intensität des reflektierten Chromstandards entspricht.

Das spricht für eine schlechte Korrektur des Objektivs in diesem Wellenlängenbereich. Für die im Rahmen der vorliegenden Arbeit entwickelten Messtechniken ist die Auflösung hinreichend, allerdings nicht optimal. Eine höhere Auflösung wäre wünschenswert, um Kanten, Randwälle oder Verläufe besser messen zu können. Um die Vorgehensweise der Auflösungsbestimmung zu verdeutlichen, ist in Abbildung 46 beispielhaft die Messung der Auflösung des Kamerasystems EOS 6D - telezentrisches Objektiv in Reflexion zu sehen. Es

wird immer ein Teilbereich des Bildes ausgeschnitten und entlang der Linienstruktur des Standards gemittelt, um das abgebildete Linienprofil mit Fehlerbalken zu erzeugen. Die 50 %-Linie gibt die normierte Graustufe wieder, welche gerade noch durch das Kamerasystem aufgelöst werden muss. Befindet sich der Graustufenwert eines Pixels zwischen zwei Linien oberhalb dieses Schwellwerts, so gilt dieses Linienpaar als nicht mehr aufgelöst.

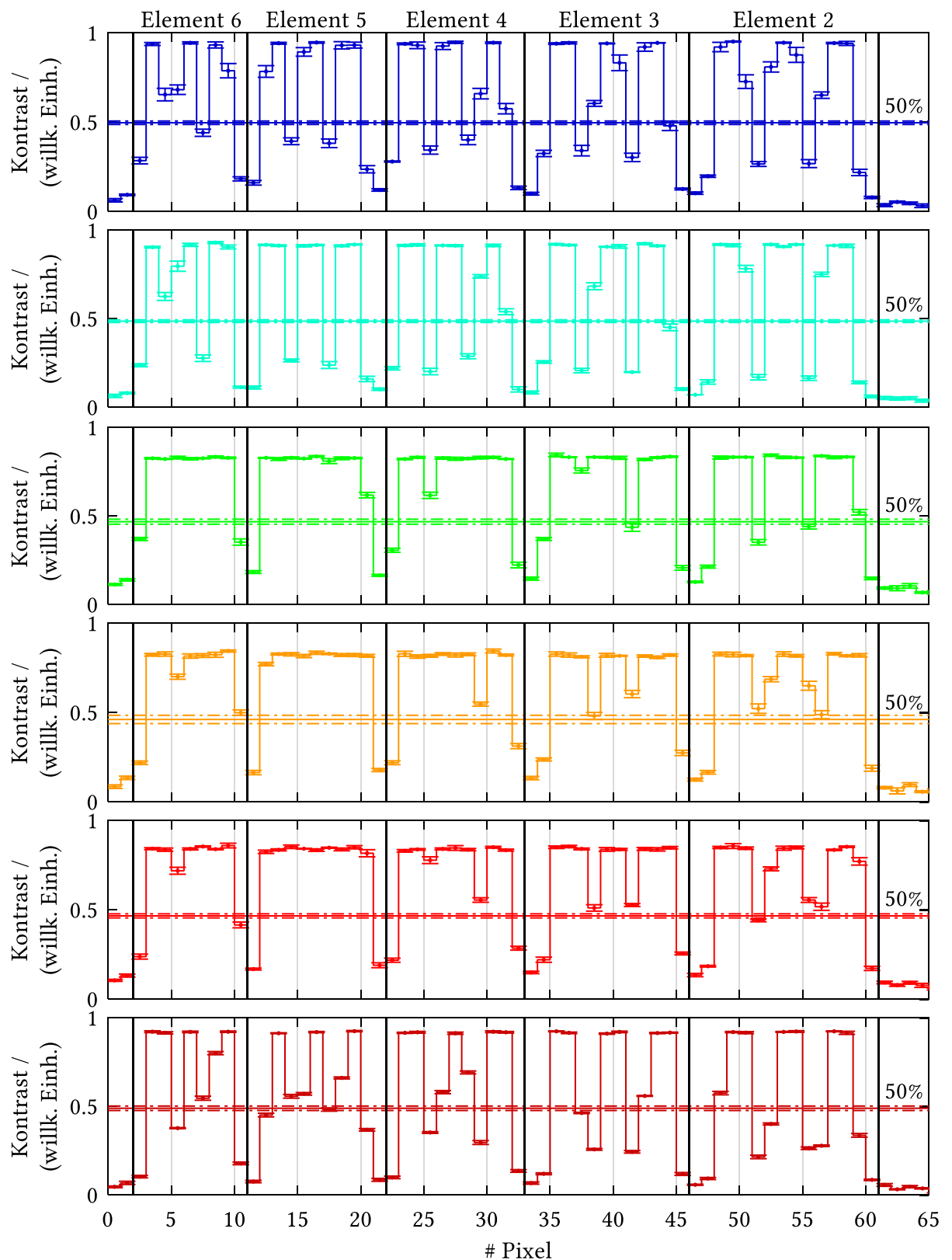


Abbildung 46: Auflösungsvermögen der Canon EOS 6D, getestet an einem Auflösungschart nach USAF 1951 Standard (Standardization Division, Armed Forces Supply Support Center, 1959).

4.4 Systemwiederholgenauigkeit bei Messungen mittels Transmission und Reflexion

Im vorangegangenen Kapitel wurde der Messaufbau für Messungen in Transmission und Reflexion charakterisiert und der mögliche Einfluss der Kernkomponenten auf die Messungen diskutiert. Um die tatsächliche Wiederholgenauigkeit und somit auch die Reproduzierbarkeit des Messsystems zu bestimmen, wurde eine Messreihe verschieden dicker Schichten mehrmals aufgenommen und die Abweichung vom Mittelwert als Maß für die Wiederholgenauigkeit definiert.

Dazu wurden durch Rotationsbeschichtung zwei Konzentrationsreihen mit unterschiedlichen Schichtdicken der Proben hergestellt. Eine Schichtdickenreihe wurde aus dem Materialsystem Superyellow, die zweite Reihe mit PEDOT:PSS angefertigt. Die Schichtdicke der einzelnen Proben wurde bei beiden Probenreihen über die Konzentration des Feststoffs in der Lösung variiert. Die Parameter der Rotationsbeschichtung waren innerhalb einer Probenreihe konstant. Das PEDOT:PSS VPAI 4083 SG 2.8 stammt von Heraeus und enthielt eine Gewichtskonzentration von $C_{PEDOT} = 2,8 \%$. Die Konzentrationen der PEDOT-Dispersionen wurden mittels Hinzugabe von destilliertem Wasser eingestellt. Das Superyellow PDY-132 wurde von Merck KGaA bezogen und als Feststoff geliefert.

Tabelle 9: Konzentrationen C_n der verwendeten Materialien PEDOT:PSS und Superyellow.

Material	C_1	C_2	C_3	C_4	C_5	C_6	C_7	C_8	C_9	C_{10}
PEDOT:PSS (w%)	0,5	1,0	1,2	2,0	2,5	2,8	-	-	-	-
Superyellow ($\frac{mg}{ml}$)	1,0	3,0	5,0	7,0	9,0	11,0	13,0	15,0	17,0	20,0

Die Konzentrationen der Toluol-basierten Superyellow-Tinten wurden über die Hinzugabe der passenden Menge Feststoff eingestellt. Die beiden Konzentrationsreihen sind in Tabelle 9 abgebildet.

Die Schichten wurden nach der Prozessierung zunächst mittels taktiler Messmethoden analysiert. Dabei kam das taktile Messgerät DEKTAK 150 der Firma Veeco zum Einsatz, welches mit einer $12,5 \mu m$ Nadel ausgerüstet war. Da taktile Messverfahren immer einen Referenzpunkt zur Messung einer Schichtdicke benötigen, wurde mit einem Skalpell eine Linie in der Mitte der Probe gekratzt, die dem Messsystem als Referenz dient. Um sicher zu gehen, dass die taktilen Messungen nicht durch Messungen an Stellen mit starken Schichtdickenschwankungen verzerrt werden, wurden drei unterschiedliche Stellen des Kratzers ausgewertet. Dieser Ablauf war für beide Probenreihen identisch und wurde für alle

16 Proben durchgeführt. Im Anschluss an die taktilen Messungen wurde die Superyellow-Probenreihe in Transmission, die PEDOT:PSS-Probenreihe in Reflexion gemessen. Der Brechungsindex ist in Abbildung 54 zu finden. Es wurden von jeder Probe zehn Bestimmungen durchgeführt. Eine Messung bezieht sich dabei auf die Akquisition eines vollständigen Bilddatensatzes, bestehend aus sieben Bildern bei unterschiedlichen Beleuchtungsspektren. Die Datenauswertung erfolgte mit der bereits beschriebenen Messroutine. Alle Datensätze einer Probe wurden untersucht. Hierfür wird eine für alle Messungen konstante Messfläche von $1000 \text{ px} \times 1000 \text{ px}$ im Datensatz ausgewählt.

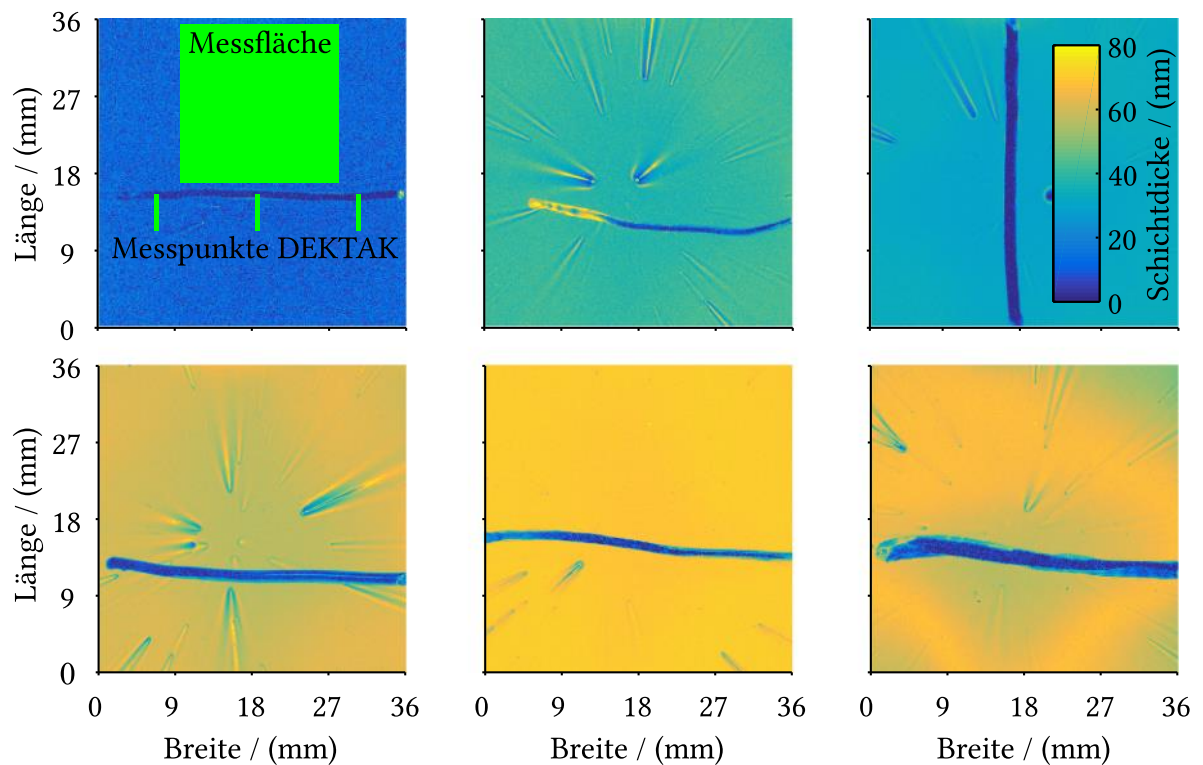


Abbildung 47: Schichtdickenprofile der Konzentrationsreihe der Materials PEDOT:PSS. Jede zu sehende Messung ist ein pixelweise gemitteltes Profil, bestehend aus zehn Einzelmessungen. Die Proben wurden hierfür in Reflexion gemessen. Im Bild oben links sind die Größe der Messfläche für die Bestimmung der Wiederholgenauigkeit und die Messpunkte der taktilen Messungen grün dargestellt. Es sind verschiedene Defekte, wie etwa Partikel oder auch langwellige Störungen in der Beschichtung (unten rechts) zu sehen.

Zur Auswertung des PEDOT:PSS-Datensatzes wurden der königsblaue, blaue und grüne Beleuchtungsfarbkanal, ausgewertet im blauen und grünen Kamerafarbkanal, herangezogen. Die aus zehn Messungen gemittelten Schichtdickenprofile der PEDOT:PSS-Konzentrationsreihe sind in Abbildung 47 zu sehen. Die konzentrationsabhängige Schichtdickenreihe zeigt eine zunehmende Schichtdicke mit zunehmender Konzentration des PEDOT:PSS. Aus dem Datensatz, bestehend aus zehn Schichtdickenprofilen einer Probe, werden der pixelweise statistische Mittelwert und dessen Standardabweichung berechnet. Durch das Bilden des statistischen Mittelwertes kann das sensorseitige Rauschen reduziert

und eine Aussage über die Wiederholgenauigkeit getroffen werden. Als Maß für die Wiederholgenauigkeit wird der Mittelwert aus allen Standardabweichungen definiert.

Wird die taktil gemessene Schichtdicke gegen die Konzentration aufgetragen, so ergibt sich, wie in der nachfolgenden Abbildung 48 zu sehen, ein linearer Zusammenhang zwischen Konzentration und Schichtdicke.

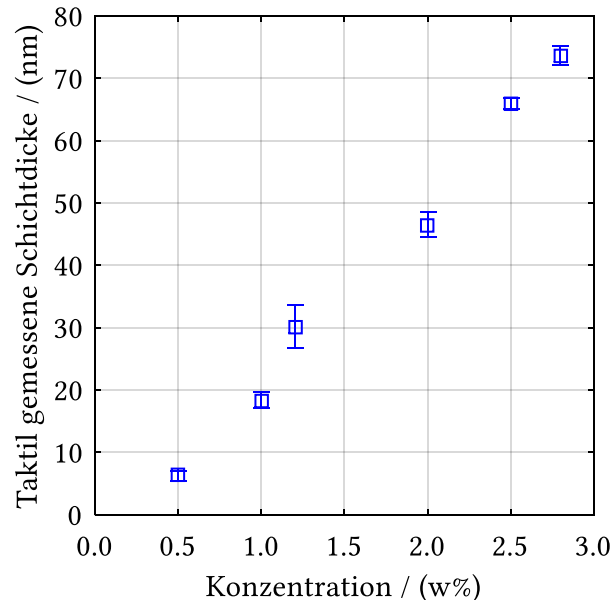


Abbildung 48: Taktile gemessene Schichtdicke, aufgetragen gegen die Konzentration des PEDOT:PSS. Es ist ein linearer Zusammenhang zu sehen.

Da eine Verdünnung der PEDOT:PSS-Konzentration mit destilliertem Wasser nur geringfügige Änderungen an der Viskosität und der Oberflächenenergie vornimmt, liegt bei gleichbleibenden Prozessparametern ein linearer Schichtdickenzusammenhang zwischen Konzentration und Schichtdicke nahe. Wird die optisch, in Reflexion, gemessene Schichtdicke gegen die taktil ermittelte Schichtdicke aufgetragen, so kann abgeschätzt werden, wie stabil die Schichtdickenmessung via Reflexion ist. Der Mittelwert der Standardabweichungen aller Pixel ergibt ein Maß für die Wiederholgenauigkeit des Messsystems. Beides ist in Abbildung 49 dargestellt. Links ist die optische gemessene Schichtdicke gegen die taktil ermittelte Schichtdicke zu sehen. Bis auf den letzten Datenpunkt liegen alle Messwerte näherungsweise auf einer Geraden. Der letzte Datenpunkt weist auf eine fehlerhafte Messung durch die MCICR-Methode hin. Die optische Messung erfolgt zudem über eine großräumige Mittelung der Messwerte, so dass langwellige Schichtdickenschwankungen (siehe Abbildung 47 rechts unten) den Mittelwert nach unten ziehen können. Eine weitere Fehlerquelle liegt in der Messposition der taktilen Messung. Da diese eindimensional und deren Position auf dem Substrat nur schwierig lokalisierbar ist, können die Ergebnisse aufgrund kleiner lokaler Schichtdickenunterschiede starken Schwankungen unterliegen.

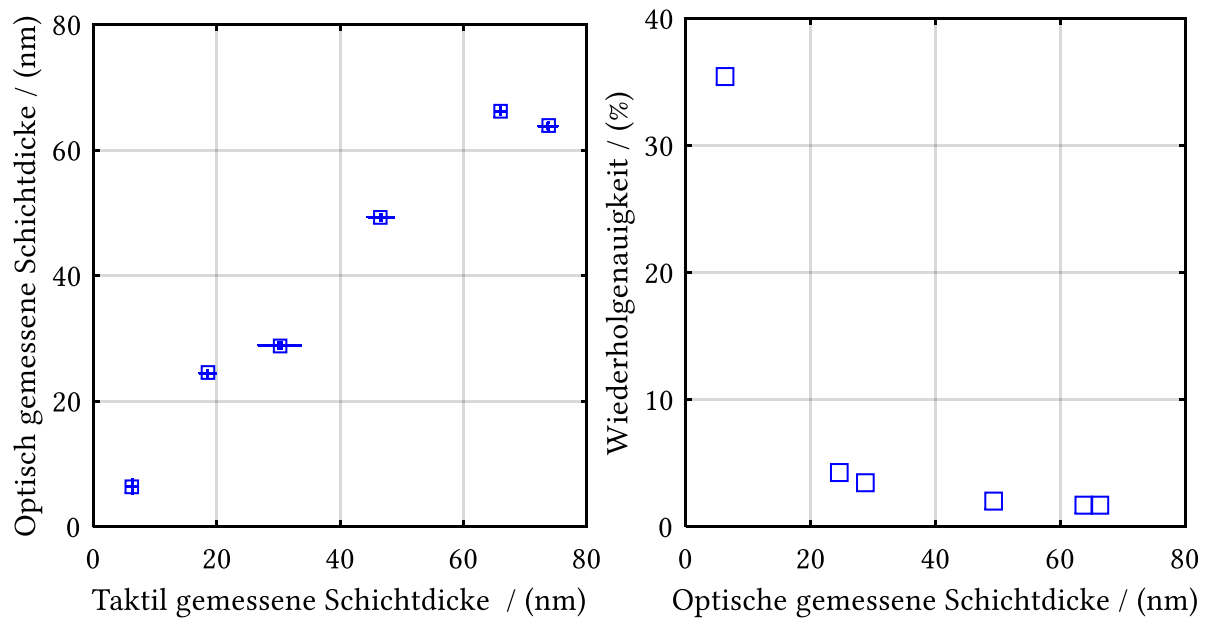


Abbildung 49: links: Optisch, in Reflexion gemessene Schichtdicke, aufgetragen gegen die taktile gemessene Schichtdicke. Ein linearer Zusammenhang ist zu erkennen. Der letzte Datenpunkt zeigt eine Abweichung der in Reflexion gemessenen Schichtdicke. Die Schichtdicke wurde ca. 10 nm zu dünn zugeordnet. Rechts: Wiederholgenauigkeit als Funktion der Schichtdicke. Es ist ein nicht linearer, starker Abfall auf bis zu 1 % Wiederholgenauigkeit zu sehen.

Die Wiederholgenauigkeit (Abbildung 49 rechts) der Multikanal-ICR wird mit steigender Schichtdicke besser und fällt auf 1 % für Schichtdicken mit $d > 20 \text{ nm}$. Für dünne Schichten dieses Materials ist die Intensitätsmodulation durch die Interferenz gering, da der Gangunterschied aufgrund der geringen Dicke der Schicht klein ausfällt. Somit ist die Wiederholgenauigkeit bei dünnen Schichten und somit entsprechendem Signal limitiert durch das Schrotrauschen des Sensors.

Für das Materialsystem PEDOT:PSS kann abschließend festgehalten werden, dass die Wiederholgenauigkeit des Systems für Schichtendicken mit entweder ausreichender Dicke der Schicht oder extrem starkem Brechungsindexkontrast zwischen gemessener und unterliegender Schicht im Bereich von $\approx 1 \%$ liegt. Bis hin zur Grenze des Systems durch Mehrdeutigkeiten (für das System ITO/PEDOT:PSS bis $d \approx 150 \text{ nm}$) ist die Wiederholgenauigkeit für die hier gezeigten Untersuchungen hinreichend gut.

Wie bereits erwähnt, wurde analog zu PEDOT:PSS eine identische Vorgehensweise für die Messung der Wiederholgenauigkeit in Transmission angewandt. Die Messung der Schichtdicke erfolgte im königsblauen und blauen Beleuchtungskanal, bei Detektion im blauen Kamerafarbkanal. Dadurch wird die Absorption ohne störende Photolumineszenz gemessen. Zunächst wird die taktile gemessene Schichtdicke als Funktion des Feststoffgehalts untersucht.

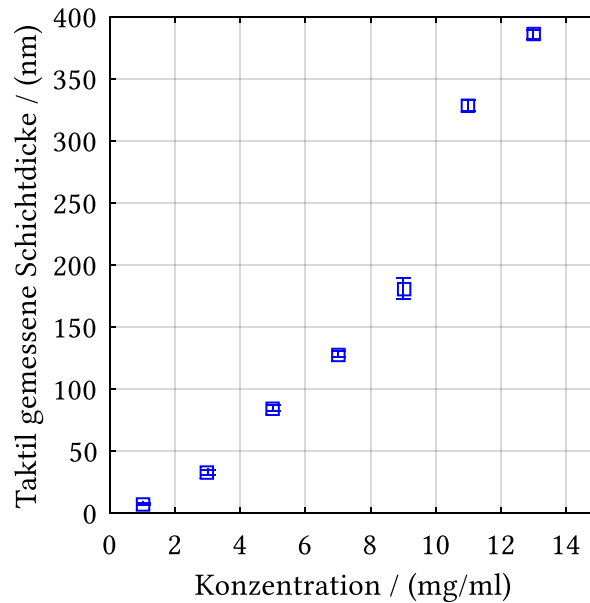


Abbildung 50: Taktile gemessene Schichtdicke als Funktion des Feststoffgehalts der Superyellowtinten. Bis zu einer Konzentration von $c = 9 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ linear. Für höhere Konzentrationen steigt die Schichtdicke deutlich an und ist nicht mehr konsistent zu den vorhergegangenen Messpunkten.

Diese ist für Konzentrationen bis zu $c = 9 \frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ linear, obwohl die Viskosität von Superyellow mit steigender Konzentration stark zunimmt (Hernandez-Sosa et al., 2013). Für höhere Konzentrationen wächst die Schichtdicke erheblich. Die Datenpunkte sind nicht mehr konsistent zu den vorher gemessenen Schichtdicken. Einer der Gründe für die überproportional zunehmende Schichtdicke ist die stark ansteigende Viskosität für hohe Konzentrationen des Superyellow in Toluol.

Auf Basis der taktilen Messungen kann der Abgleich mit den optisch gemessenen Schichtdicken durchgeführt werden. Die Definition der Systemwiederholgenauigkeit ist identisch mit der vorigen.

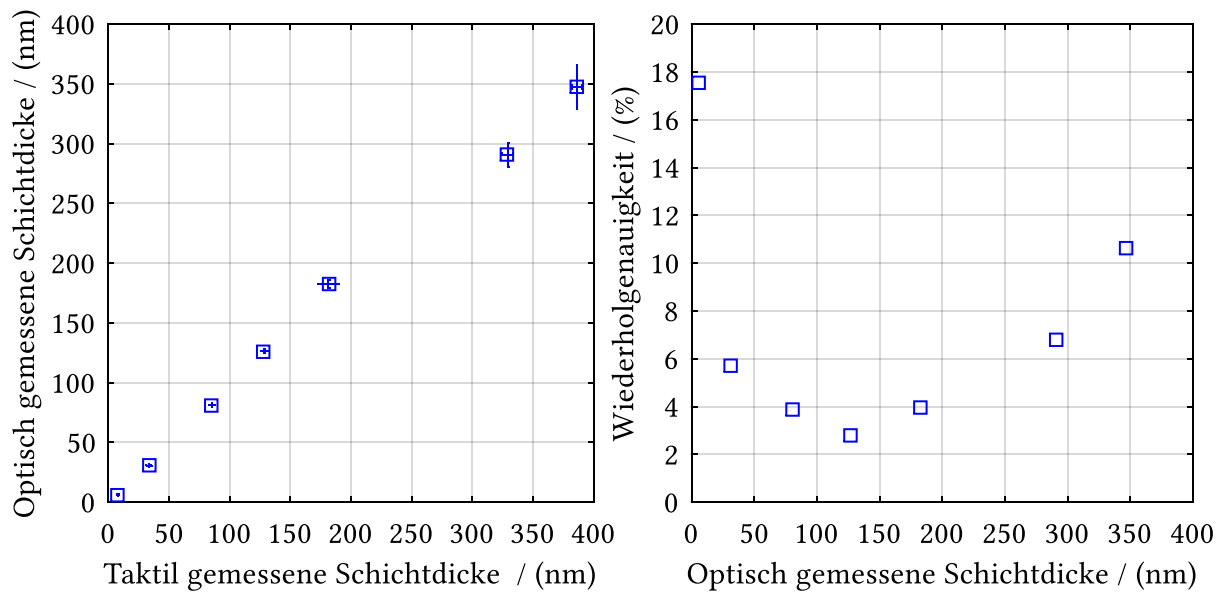


Abbildung 51: links: Optisch, in Transmission gemessene Schichtdicke, aufgetragen gegen die taktile gemessene Schichtdicke. Ein linearer Zusammenhang ist zu erkennen. Der letzten Datenpunkte zeigen eine Abweichung der in Transmission gemessenen Schichtdicke. Die Schichtdicke wurde ca. $40\text{ nm} - 50\text{ nm}$ zu dünn zugeordnet. Rechts: Wiederholgenauigkeit als Funktion der Schichtdicke. Es ist ein nicht linearer, starker Abfall auf bis zu einer Wiederholgenauigkeit von $2,5\%$ zu sehen. Im Gegensatz zur PEDOT:PSS-Probenreihe ist die Wiederholgenauigkeit von der gemessenen Schichtdicke abhängig.

Die optisch gemessene Schichtdicke ist bis ca. 200 nm linear zur taktile gemessenen Schichtdicke. Die Steigung der linearen Geraden beträgt zudem eins und verifiziert somit die optischen und taktilen Messergebnisse. Für dickere Schichten ist das Verhalten nicht mehr konsistent, die Transmissionsmessmethode berechnet die Schichten zu dünn. Dies kann zum einen an der Mittelung über einen großen Messbereich, zum anderen an der Messposition der taktilen Messung liegen. Prinzipiell tendieren Polymere bei hohen Schichtdicken auch zu streuendem Verhalten, welches eine zusätzliche Abnahme der Graustufenintensität bedingt; das würde allerdings zu einer zu hoch berechneten Schichtdicke führen und kann somit ausgeschlossen werden. Die Wiederholgenauigkeit des Systems ist in Abbildung 51 rechts dargestellt. Sie fällt mit zunehmender Schichtdicke auf 3% und steigt mit stärker werdenden Schichten wieder an. Bis zu einer Schichtdicke von ca. $d \approx 200\text{ nm}$ steigt die Wiederholgenauigkeit auf 4% . Die Systemwiederholgenauigkeit ist hardwareseitig durch das Rauschen des Sensors und Schwankungen in der Beleuchtung begrenzt.

Die maximal messbare Schichtdicke für absorbierende Materialien ist stark vom Absorptionskoeffizienten abhängig. Der Intensitätsverlust durch Absorption $I = I_0 * e^{-\alpha d_{max}}$ erstreckt sich dabei über den vollen Graustufenbereich von $\mu = 14336\text{ DN}$. Alle Schichten mit einer Dicke von $d > d_{max}$ erzeugen kein Graustufensignal, da das Licht fast vollständig absorbiert wird. Für die in OLEDs verwendeten Schichtdickenbereiche der

verschiedenen Aktivschichten kann die Messmethode jedoch mit einer hohen Wiederholgenauigkeit angewendet werden, da diese meist unter $d \approx 400 \text{ nm}$ liegen.

Die Multikanal Reflexions- und Transmissionsmethode ist in der Lage, dünne Schichten mit ausreichend guter Wiederholgenauigkeit zu messen. Die Wiederholgenauigkeit für transparente Systeme mit Schichtdicken $> 20 \text{ nm}$ liegt bei ca. 1 %. Bei Messungen absorbierender Materialsysteme in Transmission ist die Wiederholgenauigkeit nicht unabhängig von der Schichtdicke und liegt im Optimum etwa bei 4 %. Beide Messsysteme eignen sich zur Messung dünner Schichten in OLEDs und geben Auskunft über eventuell auftretende langwellige Störungen.

Im folgenden Kapitel 5 wird die entwickelte MCICR, MCTM und Mehrschichtmessung eingesetzt, um OLED-Schichtstapel, bestehend aus verschiedenen Materialien, zu charakterisieren.

5. Messung flüssigphasenprozessierter, mehrlagiger Schichtstapel

In diesem Kapitel werden Beispiele für die Messungen flüssigphasenprozessierter Einzelschichten und ganzer Schichtstapel gezeigt und diskutiert. Die gemessenen Materialien orientieren sich an den in OLEDs verwendeten. Dazu gehören neben dem Anodenmaterial ITO auch das Lochinjektionsmaterial PEDOT:PSS (Louwet et al., 2003), das quervernetzbare Lochtransportmaterial QUPD²¹, der Emitter TSG-M-3817²² und der Emitter Superyellow. Diese Materialien werden in verschiedenen Kombinationen auf die Substrate aufgebracht und anschließend mit den vorgestellten Methoden (siehe Kapitel 4.2.3, 4.2.4 und 4.2.5) gemessen. Die ersten vier Materialien werden in Reflexion mittels MCICR (Multichannel Imaging Color Reflectometry, siehe Kapitel 4), Superyellow in Transmission durch MCTM (Multichannel Transmission Measurement, siehe Kapitel 4) bestimmt. Das Kapitel beginnt mit einem Überblick über die Materialien und Herstellungsprozesse. Anschließend werden sukzessive verschiedene Schichten, von einfachen Schichtstapeln bis hin zu mehreren Schichten aufeinander, prozessiert und gemessen. Um die korrekte Bestimmung der Schichtdicke zu verifizieren, wird je nach Bedarf taktil gegengemessen. Stellenweise wurden die Ergebnisse unter Mitarbeit des Autors veröffentlicht (Merklein et al., 2019; Raupp et al., 2016; Smarsly, Daume, Braig et al., 2018; Smarsly, Daume, Tone et al., 2018; Stamm et al., 2019)²³. Abschließend wird der Einfluss der Schichtbildung im Tiefdruck auf die Homogenität der OLED-Auskopplung anhand einiger Beispiel gezeigt.

5.1 Materialien und optische Konstanten

Um Anwendungen der Multikanal- und Mehrschichtmessung zu zeigen, wird das Beispiel mehrlagiger OLED-Schichtstapel herangezogen. Die Materialien werden dabei sukzessive aufeinander aufgetragen und gemessen. Prinzipiell wird in zwei unterschiedliche OLED-Typen differenziert, zum einen in Zweischichtstapel, zum anderen in Dreischichtstapel. Die verschiedenen Materialien, die auch zu verschiedenen Materialklassen gehören, werden hierfür mittels unterschiedlicher Prozesse aufgetragen. Beiden OLED-Typen ist gemein, dass diese ITO als Anode und Lithiumfluorid/Aluminium als Kathode verwenden. Die einzelnen Schichten werden durch unterschiedliche Verfahren hergestellt. In den folgenden Kapiteln

²¹ Das Material QUPD wurde vom COPT-Zentrum Köln synthetisiert und im Rahmen des Verbundprojekts „Das Potential der Gedruckten Organischen Elektronik: Optimierte Materialien, Fluide und Flüssigphasenprozesse - POESIE“ von verschiedenen Partnern verarbeitet.

²² Dieser wurde von der Merck KGaA bezogen. Gleiches gilt für Superyellow PDY-132.

²³ An dieser Stelle möchte ich dem Bundesministerium für Bildung und Forschung für die Förderung der Projekte PrintOLED (Förderkennzeichen 13N10759) und POESIE (Förderkennzeichen 13N13692) danken, in deren Rahmen diese Arbeit entstanden ist.

werden für die jeweiligen Schichten sowie deren Fabrikation Material- und Prozessparameter aufgeführt. Anschließend werden Aufnahmeparameter zur Charakterisierung der einzelnen Schichten, die über alle Versuchsreihen hinweg konstant bleiben, vorgestellt.

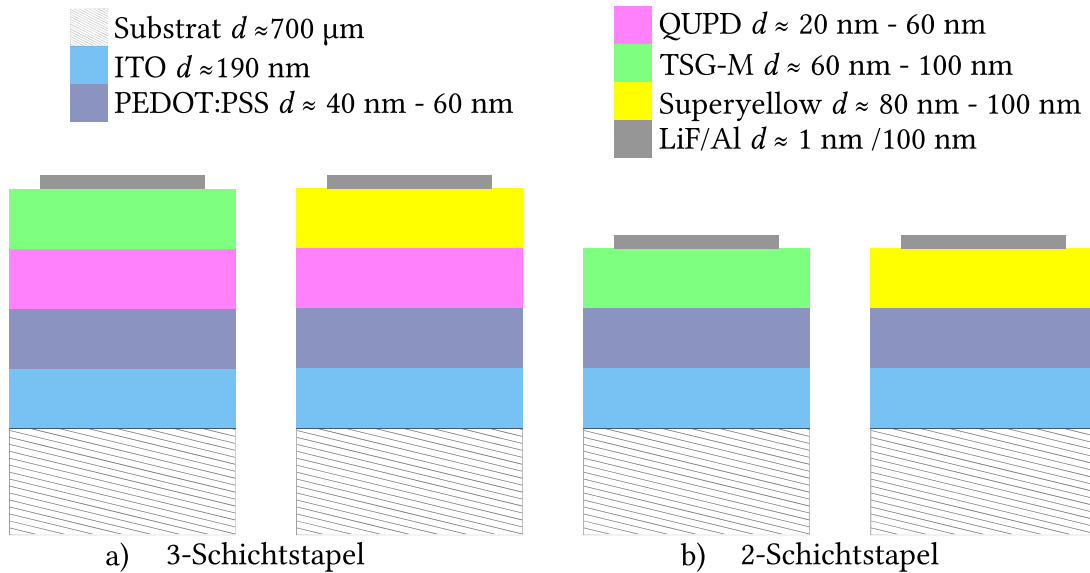


Abbildung 52: Materialkombinationen auf Basis der verwendeten Materialien für die Herstellung von OLEDs. Es werden alle Materialien sukzessive mittels MCICR und MCTM gemessen. In der Legende sind alle ungefähren Schichtdicken der jeweiligen Lagen eingezeichnet.

Die verschiedenen Kombinationen der OLED-Materialien sowie die zugehörigen Schichtstapel für zwei- und dreilagige OLEDs sind in Abbildung 52 dargestellt. Die Schichtstapel sind bis zur Prozessierung des QUPD identisch. Mit der Prozessierung des QUPD entscheidet sich, ob die OLED aus zwei (a) oder drei (b) Schichten besteht. Anschließend wird als Emitter entweder TSG-M oder Superyellow aufgetragen.

5.1.1 ITO

Das in dieser Arbeit verwendete ITO-beschichtete Glas stammt von der Firma Kintec Company, Hong-Kong, und besteht aus einem $0,7 \text{ mm}$ starkem Glas, welches mit 180 nm ITO besputtert wurde. Der spezifische Widerstand der Beschichtung beträgt $\rho = 10 \frac{\Omega}{\square}$, die Transmission ca. 85% bei $\lambda = 555 \text{ nm}$ (Kintec Company, 2018). Die ITO-Gläser werden vorkonfektioniert auf $150 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ angeliefert und vor der Prozessierung entweder für die sofortige Verwendung gereinigt oder mittels Siebdruck strukturiert und anschließend gesäubert. Die Strukturierung erfolgt mittels eines im Rahmen des Verbundprojekts POESIE entwickelten Prozesses²⁴. Dabei wird durch Siebdruck die Ätzpaste direkt auf das ITO-

²⁴ Der Prozess wurde im Rahmen des Verbundprojekts POESIE von Alexander Jurczok entwickelt.

beschichtete Glas aufgetragen und anschließend im Ofen ausgeheizt und abgewaschen. Der nachfolgende Prozessschritt der Reinigung ist identisch für strukturierte und unstrukturierte Substrate. Zunächst werden grobe Verschmutzungen mit dem Reinraumtuch und dem Allzweckreiniger Wasch Star 2000 (Profi Star GmbH, 2015) vorgereinigt und mit destilliertem Wasser gespült, bis alle Rückstände abgewaschen sind. Sind die Verschmutzungen sehr stark, werden die Gläser mittels Laborspülmaschine nochmals vorgereinigt. Anschließend werden die Substrate der Größe $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ im Ultraschallbad bei $T = 23^\circ$ und 100 % Leistung zuerst mit Aceton und anschließend mit Isopropanol gesäubert. Abschließend werden die Lösemittelreste mit Stickstoff vom Substrat entfernt. Der Prozess unterscheidet sich für zugeschnittene Gläser nicht, lediglich die verwendeten Ultraschallbäder differieren aufgrund der verwendeten Größe. Unabhängig davon, ob ganze Bauteile mit strukturierten Substraten oder eine Prozessentwicklung auf unstrukturierten Substraten durchgeführt wird, werden die gereinigten Substrate plasmabehandelt. Im Rahmen dieser Arbeit kam zur Verbesserung der Benetzungseigenschaften, vor allem bei wässrigen Dispersionen, ein O_2 -Plasma zum Einsatz. Die Substrate wurden bei 100 % Leistung für 5 min behandelt. Als Gerät wurde eine Niederdruck Plasmaanlage Nano der Firma Diener verwendet.

Zur Charakterisierung des Materials gehört auch die Messung des Brechungsindex. Dieser ist essentiell, damit MCICR und MCTM verwendet werden können. Die Brechungsindizes aller Materialien wurden mittels Ellipsometrie ermittelt. Da ITO ein modelltechnisch sehr komplexes Material ist, wurde ein vom Gerätehersteller bereits entwickeltes Modell zur Bestimmung des Brechungsindex verwendet. Für die Messung kam ein SenPro Ellipsometer der Firma Sentech zum Einsatz, welches es ermöglicht, ψ, Δ unter verschiedenen Winkeln zu messen. ψ, Δ ergeben sich aus dem Quotienten der Reflexionsvermögen für p- und s-polarisiertes Licht und sind somit vom Ellipsometer direkt erfassbar (J.A.Woollam Co., Inc. Ellipsometry Solutions, 2008). Da die verwendeten Modelle oftmals mehrere Variablen aufweisen, werden mehrere Messungen bei verschiedenen Winkeln durchgeführt. Die ermittelten Werte für ψ, Δ dienen als Basis für den Fit des Modells. Aus den Fits können verschiedene Parameter, wie etwa Schichtdicke und der komplexe Brechungsindex N , bestimmt werden. Für die Definition des komplexen Brechungsindex wird auf Kapitel 3.1.1 verwiesen.

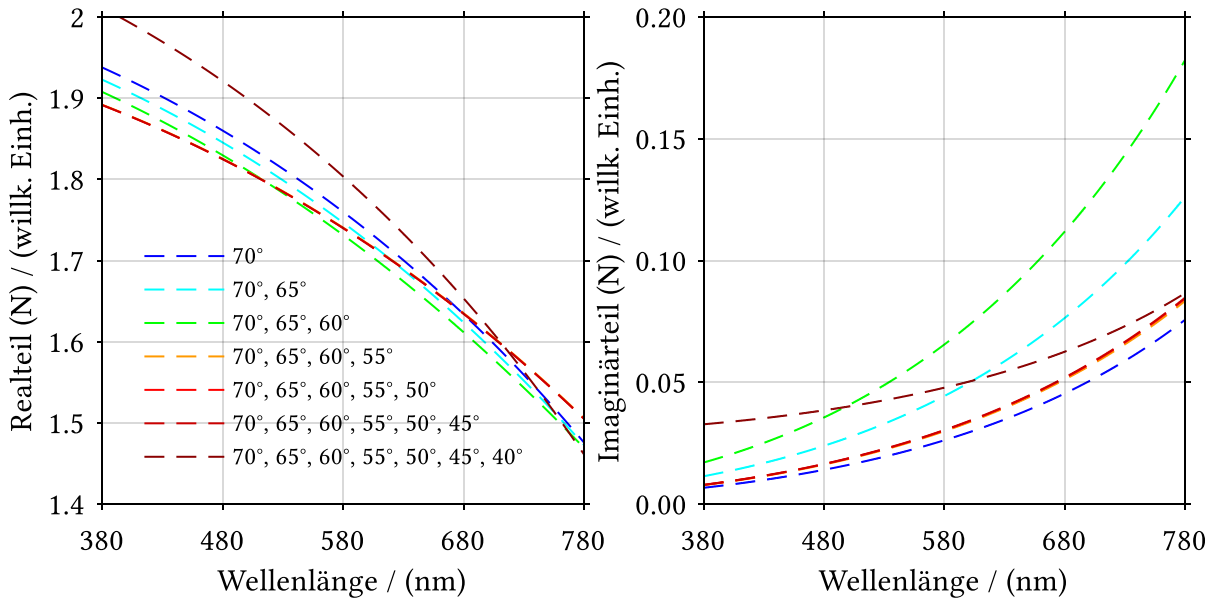


Abbildung 53: Links: Realteil n des komplexen Brechungsindex N des Materials ITO als Funktion der unterschiedlichen Winkel, die in die Modellierung eingeflossen sind. Rechts: Imaginärteil des Brechungsindex N als Funktion der Wellenlänge und der verschiedenen einbezogenen Winkel. Zur Bedeutung der gemessenen Winkel siehe Seite 113.

In Abbildung 53 sind der Realteil n und der Imaginärteil κ des komplexen Brechungsindex N bei Messungen unter verschiedenen Winkeln dargestellt. Die Messungen der optischen Eigenschaften ergeben ein konsistentes Bild. Der Realteil n des komplexen Brechungsindex N (Abbildung 53 links) bleibt weitestgehend unabhängig unter Berücksichtigung mehrerer Messwinkel. Einzig die Hinzunahme sehr flacher Winkel $< 50^\circ$ beeinflusst den Brechungsindex stark. Ein anderes Bild zeigt der Extinktionskoeffizient (Abbildung 53 rechts). Dieser verändert sich auffallend unter Berücksichtigung mehrerer Messwinkel. Im Allgemeinen variiert der Brechungsindex hergestellter ITO-Schichten deutlich und hängt stark von der Zusammensetzung ab. Die oben gemessenen Verläufe zeigen allerdings eine gute Übereinstimmung mit der Veröffentlichung von Synowicki (1998). Da der Brechungsindex des ITO N_{ITO} bei Verwendung der Winkel $70^\circ, 65^\circ, 60^\circ, 55^\circ, 50^\circ, 45^\circ$ die beste Deckung mit den Werten aus der Literatur aufweist, wird im Folgenden dieser Brechungsindex weiter verwendet.

5.1.2 PEDOT:PSS

Die erste flüssigphasenprozessierte Schicht ist eine Mischung aus Poly-3,4-ethylendioxythiophen und Polystyrolsulfonat, kurz PEDOT:PSS, welches häufig in der organischen und gedruckten Elektronik als semitransparenter Leiter eingesetzt wird. In der hier vorliegenden Anwendung dient das PEDOT:PSS als Lochinjektionsschicht für OLEDs. PEDOT:PSS wird für OLEDs direkt auf die strukturierte Anode, häufig bestehend aus ITO,

aufgebracht. PEDOT:PSS wird für die Prozessierung aus der Flüssigphase als wässrige Dispersion geliefert. Das hier verwendete PEDOT:PSS stammt von Heraeus und wurde als Version VPAI 4083 (Heraeus Deutschland GmbH & Co. KG, 2016) und VPAI 4083 Special Grade bezogen. Der Unterschied zwischen diesen beiden Dispersionen liegt in den verschiedenen Konzentrationen des Feststoffes in der Dispersion.

Für die hier vorgestellten Messdaten wurde PEDOT:PSS entweder per Rotationsbeschichtung oder per Inkjet und Schlitzguss aufgebracht. Bei herkömmlichem Rotationsbeschichten kann die Dispersion direkt auf das Substrat dosiert werden. Für die Prozessierung mittels Inkjet und Schlitzguss müssen zwecks besserer Benetzungseigenschaften Additive hinzugefügt werden (Lopez, Sanchez & Estrada, 2008; Xing et al., 2017). Eine detaillierte Übersicht über die Prozessparameter für die Herstellung der teilweise hier gezeigten Schichtdickenmessungen ist in den Veröffentlichungen von Raupp (2016) und Merklein (2019)²⁵ zu finden, da die im Inkjet und Schlitzguss hergestellten Schichten nicht vom Autor prozessiert wurden. Im Laufe verschiedener Testreihen mit produktionsnahen Tief- und Flexodruckmaschinen im Laborformat hat sich herausgestellt, dass PEDOT:PSS formulierungsunabhängig mittels Tief- und Flexodruck nur schwer prozessierbar ist. Es kommt dabei zu starker Partikelbildung am Kammerrakel der Rasterwalze, bzw. am Rakel des Tiefdruckzylinders.

Analog zur ITO-Beschichtung wurde der Brechungsindex des PEDOT:PSS gemessen. Im Gegensatz zur ITO-Beschichtung wird für den PEDOT:PSS Brechungsindex ein einfaches Cauchy-Modell verwendet. Dazu werden zwei Annahmen getroffen, die zwar nicht korrekt sind, in der späteren Schichtdickenberechnung aber kaum ins Gewicht fallen. Zum einen wird angenommen, dass der Brechungsindex isotrop über das ganze Material ist, zum anderen, dass PEDOT:PSS nicht absorbiert und somit der Imaginärteil des komplexen Brechungsindex $Im(N) = \kappa \approx 0$. Dass beide Annahmen nicht korrekt sind, zeigen die Veröffentlichungen von Pettersson, Ghosh & Inganäs (2002) und von Gorter (2013). Der Fehler, der durch diese Annahmen entsteht, ist jedoch, wie das Kapitel 4.4 zeigt, vernachlässigbar klein, da die Übereinstimmung mit den DEKTAK-Daten sehr gut ist.

Zur Messung des Brechungsindex wurde PEDOT:PSS VPAI 4083 SG auf Siliziumwafer rotationsbeschichtet. Für eine bessere Benetzung wurde der Wafer vorher mit Sauerstoff plasmabehandelt. Anschließend wurde die Schichtdicke taktil gemessen. Die taktile Messung dient dabei als Input für das Fitmodell des Ellipsometers.

²⁵ Die Inkjet- und Schlitzgussversuche fanden im Rahmen gemeinsamer Versuchsreihen zur Herstellung mehrlagiger OLEDs statt. Der Autor hat dabei die Schichtdickenmessung mittels MCICR und MCTM sowie die Tiefdruckversuche durchgeführt.

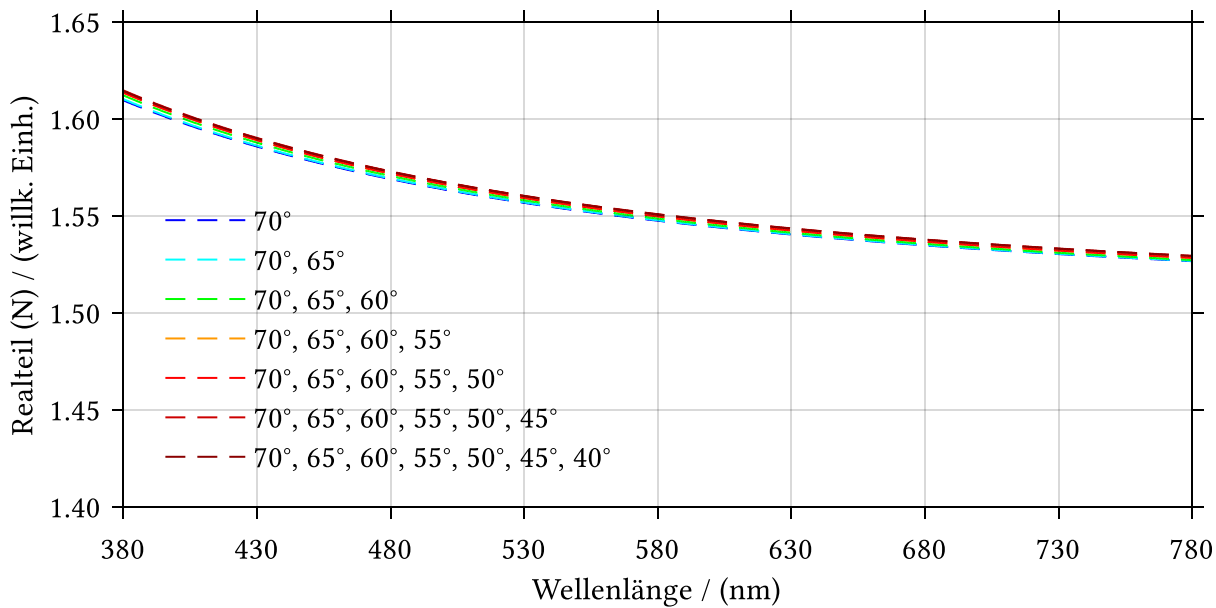


Abbildung 54: Winkelabhängige Messung des Brechungsindex von PEDOT:PSS VPAI 4083 SG. Da die Annahme $\kappa \approx 0$ getroffen wurde, ist nur der Realteil aufgetragen. Zur Bedeutung der gemessenen Winkel siehe Seite 113.

Die in Abbildung 54 dargestellten Daten zeigen den unter verschiedenen Winkeln gemessenen Realteil n des komplexen Brechungsindex N für das Materialsystem PEDOT:PSS. Der Realteil n ist winkelunabhängig und zeigt eine gute Übereinstimmung mit den Messdaten der parallelen Komponente des Brechungsindex von Pettersson et al. (2002). Da im Rahmen dieser Arbeit nur sehr dünne Schichten prozessiert wurden, kann die Absorption und somit auch der Extinktionskoeffizient im Brechungsindex für das Materialsystem PEDOT:PSS vernachlässigt werden. Im weiteren Verlauf wird der Brechungsindex unter Berücksichtigung aller Messwinkel berechnet und verwendet.

5.1.3 QUPD

Als Lochtransportschicht wird das quervernetzbares Material QUPD auf das Lochinjektionsmaterial PEDOT:PSS aufgebracht. Das QUPD wird aus aromatischen Lösemitteln, wie etwa Toluol, prozessiert. Im Falle dieser Arbeit wurde das QUPD per Rotationsbeschichten und Tiefdruck aufgetragen. Um das QUPD im Tiefdruck verarbeiten zu können, wurde eine Tinte aus den Lösemitteln Indan / Tetralin angesetzt. Diese beiden haben sich in verschiedenen Veröffentlichungen als gute Lösemittel mit optimierten Levelingeigenschaften gezeigt (Eggenhuisen et al., 2015; Lamont et al., 2015; Thiburce & Campbell, 2017; Voigt et al., 2012; Wierchowicz & Miskiewicz, 2013). Auf Basis des Konzepts orthogonaler Lösemittel lassen sich maximal zwei Schichten ohne Durchmischung sukzessive aufbringen. Unter Verwendung des QUPD können Mehrschichtstapel mit definierter Grenzfläche hergestellt werden, um die Messung mehrlagiger Schichtstapel zu testen.

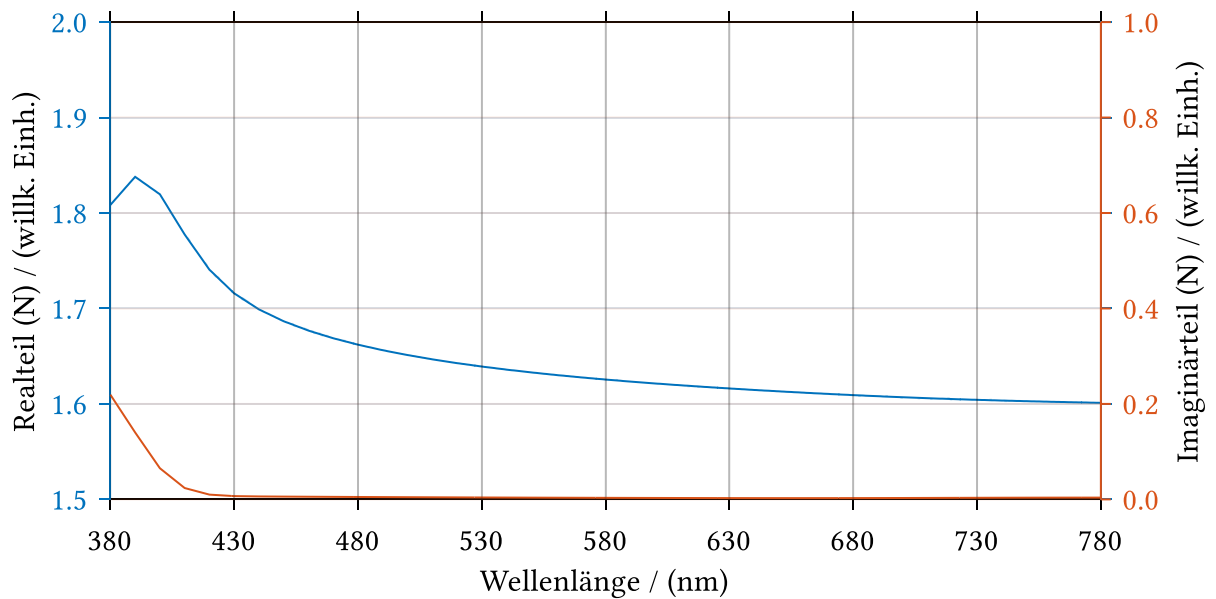


Abbildung 55: Komplexer Brechungsindex N des Materials QUPD. Der Datensatz wurde vom COPT-Zentrum Köln zur Verfügung gestellt. Zusätzlich ist der Brechungsindex bei Gather (2008, S. 121) zu finden. Zur Bedeutung der gemessenen Winkel siehe Seite 113.

In Abbildung 55 ist der komplexe Brechungsindex N des Materialsystems QUPD zu sehen. Auf der rechten Ordinatenachse ist der Imaginärteil κ , auf der linken Ordinatenachse der Realteil n aufgetragen. Der Realteil zeigt einen leichten Anstieg bis ca. 400 nm und fällt anschließend auf $n \approx 1,6$ ab. Der Imaginärteil κ beginnt mit einer leichten Absorption und fällt dann auf $\kappa \approx 0$ ab.

Durch die Quervernetzbarkeit des QUPD kann ein Emitter aus einer aromatischen Tinte aufgebracht werden, ohne dass die unterliegende Schicht vermutlich angelöst wird. Für eine genaue Beschreibung des Quervernetzungsprozesses sei auf die Veröffentlichungen von Zacharias et al. (2007), Yang et al. (2006), Köhnen et al. (2007) und Schelter et al. (2010) verwiesen. Der in Abbildung 55 dargestellte Brechungsindex wurde vom COPT-Zentrum Köln zur Verfügung gestellt, der Brechungsindex des Materials wurde nicht vom Autor gemessen.

5.1.4 TSG-M

Als grüner Emitter wurde in dieser Arbeit TSG-M 3817, bezogen von der Firma Merck KGaA, verwendet. Der Feststoff wurde unter Einsatz verschiedener Lösemittel zu Tinten verarbeitet. Im Folgenden wird vor allem auf zwei verschiedene Tintenformulierungen eingegangen. Zum einen handelt es sich um eine Toluol-basierte Tinte, zum anderen um eine Tinte auf Indan / Tetralin-Basis, da die beiden Lösemittel aufgrund ihrer hohen Siedepunkte einen signifikanten Einfluss auf die Filmbildung und Trocknung in Druckprozessen haben. Der

Brechungsindex hängt jedoch auch von der Prozessierung des gemessenen Films ab, weshalb die Brechungsindizes beider Formulierungen des TSG-M gemessen wurden. Dazu wurden jeweils zwei Tinten mit unterschiedlichen Feststoffkonzentrationen angesetzt und anschließend mit den in Tabelle 10, Seite 121, aufgeführten Parametern auf Siliziumsubstrate der Größe $15\text{ mm} \times 15\text{ mm}$ rotationsbeschichtet. Danach wurde die Schichtdicke taktil ermittelt, um die Ellipsometriemessungen mit einer weiteren Stützstelle zu versehen. Diese Messungen erfolgten analog zu den vorhergehenden in den Kapiteln 5.1.1 - 5.1.3.

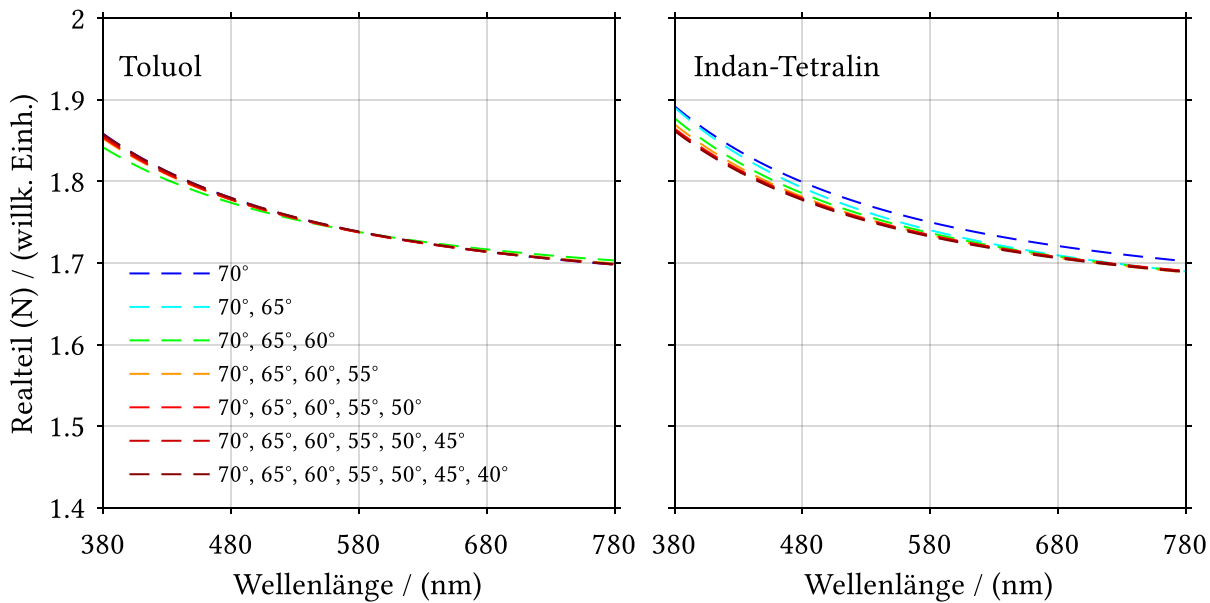


Abbildung 56: Links: Brechungsindex der aus Toluol prozessierten Schicht als Funktion der verschiedenen gemessenen Winkel. Rechts: Brechungsindex der aus Indan / Tetralin prozessierten Schicht als Funktion der verschiedenen gemessenen Winkel. Zur Bedeutung der gemessenen Winkel siehe Seite 113.

Die gemessenen Realteile n des komplexen Brechungsindizes N der beiden Formulierungen sind in Abbildung 56 als Funktion der in die Fits einbezogenen Winkel dargestellt. Es fällt auf, dass unter Verwendung aller Messdaten die Brechungsindizes beider Formulierungen nahezu gleich sind. Die gemessenen Realteile starten für Toluol bei 380 nm mit $n \approx 1,85$, für Indan / Tetralin zwischen $n \approx 1,85 - 1,9$. Bei beiden Messreihen gehen die Realteile bei 780 nm gegen $n \approx 1,7$. Für die Messungen der Schichtdicke mittels MCICR kann daher formulierungsunabhängig der gleiche Brechungsindex verwendet werden. Beide Brechungsindizes weisen keine Absorption und somit einen Imaginärteil $\text{Im}(N) = \kappa$ des komplexen Brechungsindex N von $\kappa = 0$ auf.

Bezüglich der Formulierungen für den Schlitzguss- und Inkjetprozess sei an dieser Stelle ebenfalls auf die Veröffentlichung von Merklein, Daume et al. (2019) verwiesen. Die hier gezeigten gemessenen Schichten wurden im Schlitzguss, Inkjet und Tiefdruck prozessiert. Die tiefgedruckten Schichten wurden vom Autor hergestellt.

5.1.5 Superyellow

Das gelbe Emittermaterial Superyellow wurde im Rahmen dieser Arbeit ausschließlich durch Rotationsbeschichtung aufgetragen. Als Lösemittel wurde Toluol verwendet. Wegen der starken Abhängigkeit der Viskosität von der Feststoffkonzentration (Hernandez-Sosa et al., 2013) wurde dieses Material nicht verdichtet. Um die Nutzbarkeit der MCTM zu demonstrieren, wurden Mehrschichtstapel durch Rotationsbeschichten prozessiert. Der im Folgenden gezeigte komplexe Brechungsindex N des Materials Superyellow stammt aus der vom Autor betreuten Arbeit von Braig (2015) und wurde mittels UV-Vis-Spektroskopie und Ellipsometrie bestimmt.

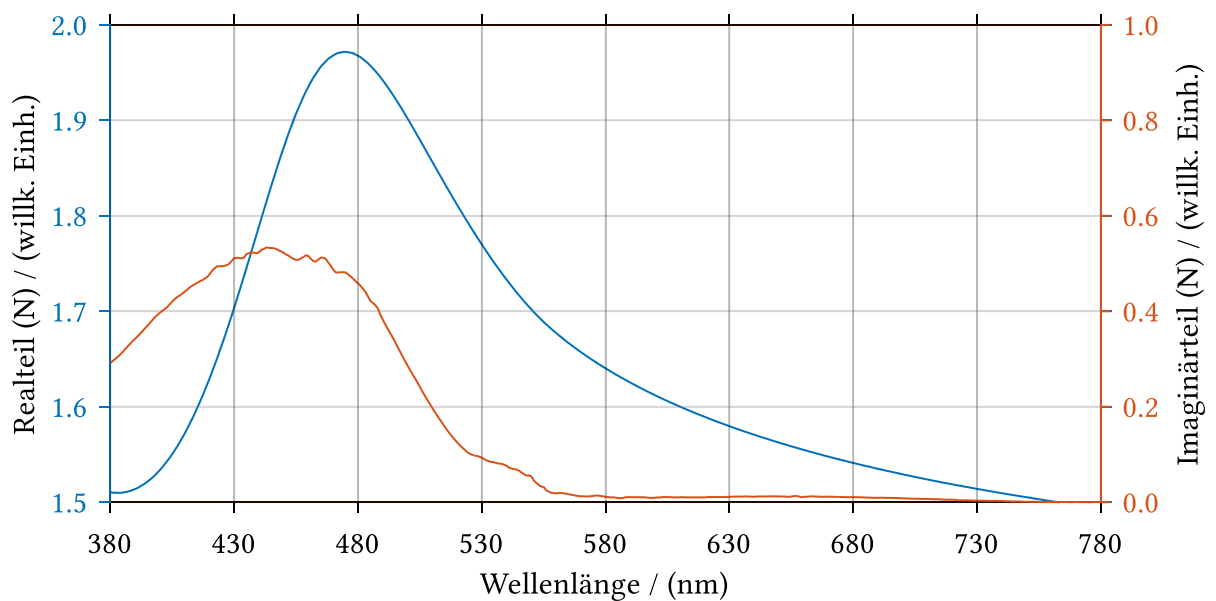


Abbildung 57: Komplexer Brechungsindex N des Materials Superyellow. Die Daten stammen aus der vom Autor betreuten Abschlussarbeit von Braig (2015). Auf der linken Ordinatenachse ist der Realteil n des komplexen Brechungsindex aufgetragen. Auf der rechten Ordinatenachse ist der Imaginärteil κ des komplexen Brechungsindex N abgebildet.

In Abbildung 57 ist der komplexe Brechungsindex N des Materialsystems Superyellow aufgetragen. Auf der rechten Ordinatenachse ist der Imaginärteil (Extinktionskoeffizient) des Brechungsindex aufgetragen. Es ist deutlich zu sehen, dass dieser zwischen 430 nm und 480 nm am höchsten ist und sich somit sehr gut für die Messung in Transmission eignet. Da der Peak über einen breiten Spektralbereich geht, ist auch eine starke Absorption bei Beleuchtung in diesem Spektralbereich zu erwarten. Der Realteil n des Brechungsindex N ist auf der linken Ordinatenachse aufgetragen und weist einen breiten Peak bei 470 nm auf. Der Brechungsindex des Superyellow stimmt mit bereits veröffentlichten Daten überein (Lanz et al., 2017).

5.2 Prozessierung dünner semitransparenter Schichten

Die im vorhergehenden Kapitel vorgestellten Materialien wurden aufgrund ihrer Materialeigenschaften auf unterschiedliche Weise prozessiert. Die vom Autor hergestellten Proben wurden ausschließlich rotationsbeschichtet oder tiefgedruckt. Während seiner Tätigkeit als wissenschaftlicher Mitarbeiter wurde die Anwendung flexogedruckter Lochinjektionsschichten sowie deren Charakterisierung mittels ICR bereits veröffentlicht (Raupp et al., 2016). Aus diesem Grund wird im Folgenden nur die Prozessierung der rotationsbeschichteten und tiefgedruckten Schichten erläutert. Abschließend wird die Abfolge der sukzessiv aufgetragenen Schichten und der zugehörigen Herstellungsprozesse kurz dargelegt.

5.2.1 Prozessparameter rotationsbeschichteter dünner Schichten

Die gesamte Prozessierung der Mehrschichtstapel erfolgte unter Reinraumbedingungen. Alle rotationsbeschichteten Proben wurden mittels eines Polos 200 Spincoaters der Firma Polos hergestellt. Der Spincoater ist in der Lage, über verschiedene Adapter diverse Substratgrößen zu beschichten. Abhängig von der Prozesskette wurden Substrate von $25\text{ mm} \times 25\text{ mm}$ bis hin zu der Größe $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ verarbeitet. Um Verunreinigungen zu vermeiden, wurde für jedes neue Materialsystem der Spincoater mit Aluminiumfolie ausgekleidet. Als Basis der verschiedenen Schichtstapel, siehe Abbildung 52, wird zunächst immer PEDOT:PSS aufgetragen. Dazu wird entweder PEDOT:PSS VPAI 4083 oder VPAI 4083 SG, welches 1:1 mit destilliertem Wasser verdünnt wird, verwendet. Bevor das Fluid direkt auf das Substrat dosiert wird, muss dieses mittels $0,2\text{ }\mu\text{m}$ -PVDF-Filter filtriert werden, damit keine Agglomerate die Schicht zerstören können. Je nach Größe des Substrates wird eine unterschiedliche Menge Fluid benötigt. Unabhängig von der Substratgröße werden identische Prozessparameter für die Rotationsbeschichtung angewendet. Nach der Prozessierung werden die Filme für 15 min bei $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausgeheizt, um im Film verbliebenes Wasser zu beseitigen. Bevor die zweite aktive Schicht, das Lochtransportmaterial QUPD, aufgebracht werden kann, werden die PEDOT:PSS-Filme ein zweites Mal für 3 min bei $200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ausgeheizt. Anschließend wird das QUPD aus Toluol mit einer Konzentration von $C_{QUPD} = 10\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ auf den PEDOT:PSS-Film aufgebracht. Als drittes Material wird entweder Superyellow oder TSG-M 3817 aufgetragen. Abhängig von der gewünschten Konzentration der beiden Materialien entstehen Emitterschichten zwischen $80\text{ nm} - 100\text{ nm}$. Die Materialien werden mit einer Konzentration von jeweils $C_{SY} = 5\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ und $C_{TSG-M} = 30\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$ aus Toluol prozessiert. In nachfolgender Tabelle sind alle Prozessparameter zur Herstellung dünner Schichten mittels Rotationsbeschichtung abgebildet.

Tabelle 10: Übersicht aller Parameter zur Rotationsbeschichtung der verwendeten Materialien. Superyellow durchläuft während des Rotationsbeschichtens mehrere Rotationsprofile. Aus diesem Grund sind mehrere Zeilen unter Superyellow aufgelistet.

Material	Löse- mittel	$C / \left(\frac{mg}{ml}\right)$	Drehzahl l / (RPM)	Beschleuni- gung / $\left(\frac{RPM}{s}\right)$	Dauer / (s)	Fläche / (cm ²)	Fluidver- brauch / (ml)
PEDOT: PSS	H ₂ O	13 – 16	4000	3000	45	6,25	0,5 – 1
PEDOT: PSS	H ₂ O	13 – 16	2500	2000	45	225	10 – 15
SY ²⁶	Toluol	5	100	300	3	6,25	0,5 – 1
		5	2000	300	45		
		5	4000	300	5		
SY	Toluol	5	2000	300	45	225	10 – 15
TSG-M	Toluol	35	1000	500	60	6,25	0,5 – 1
TSG-M	Indan / Tetralin	35	1000	100	60	6,25	0,5 – 1
TSG-M	Toluol	30	3000	1000	30	6,25	0,5 – 1

5.2.2 Prozessparameter tiefgedruckter dünner Schichten

Neben der Rotationsbeschichtung wurden dünne Schichten verschiedener Materialklassen auch im Tiefdruck hergestellt. Die in dieser Arbeit gezeigten Topographien wurden mit einem Superproofer 220 des Herstellers GT+W GmbH prozessiert. Mit Hilfe dieser Stufe 2 Labordruckmaschine lassen sich die Prozesse zur Fabrikation dünner Schichten industrienah entwickeln und anschließend einfach skalieren. Dazu wurde speziell eine elektromechanisch gravierte Druckform realisiert, die positionsgenau zum Anodenlayout passende Aktivflächen absetzt. Die entsprechenden Gravurparameter für dieses Layout wurden vorab mittels Druckversuchen unter Verwendung eines Screeningzylinders experimentell bestimmt. Auf dem gravierten Zylinder zur OLED-Herstellung befinden sich vier Layouts. Jeweils zwei der vier Layouts sind von der Dimensionierung der Felder her identisch, unterscheiden sich allerdings in den Gravurparametern. Das erste Layout wird für die Prozessierung der Proben, die ausschließlich im Tiefdruck hergestellt werden, verwendet. Das zweite Layout wird in den prozessübergreifenden Experimenten im Verbund mit Schlitzguss und Inkjet eingesetzt. Aus

²⁶ Die Prozessdaten für Superyellow sind auch bei Braig (2017) zu finden.

Layout 1 können 36 OLEDs, aus Layout 2 16 OLEDs angefertigt werden. Jede gedruckte Aktivfläche hat eine Fläche von $A = 16 \text{ mm} \times 14 \text{ mm}$, aus der vier OLED-Pixel der Größe $6 \text{ mm} \times 4 \text{ mm}$ (in Abbildung 58 gelb eingezeichnet) entstehen.

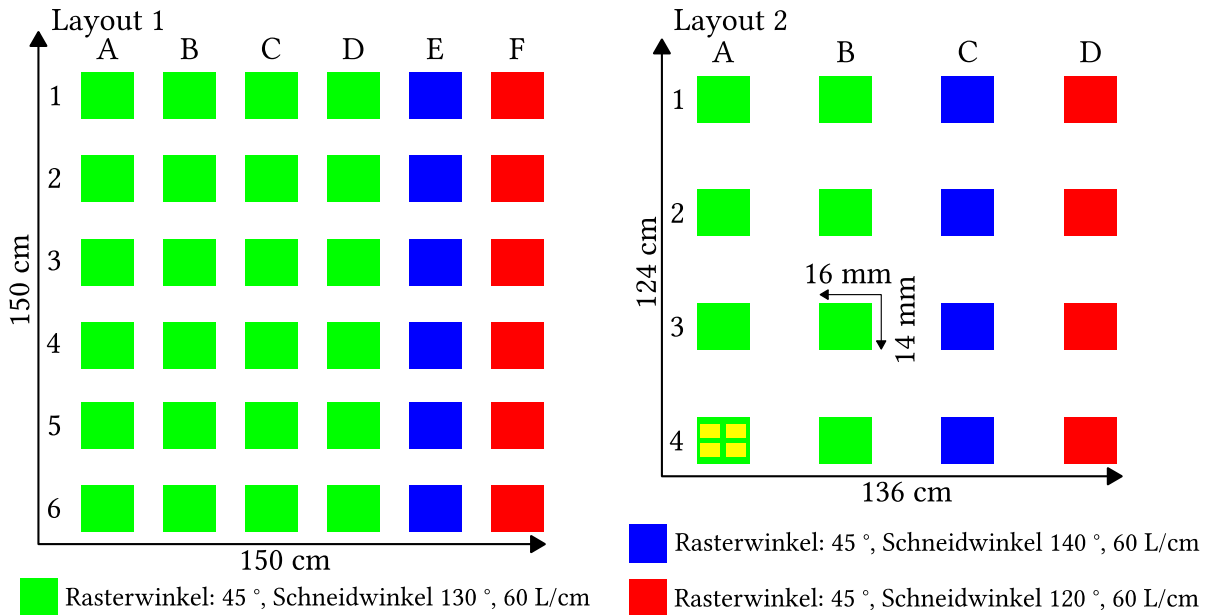


Abbildung 58: Layout 1 und 2 der Druckform, die zur Prozessierung der Schichten mittels Tiefdruck verwendet wurde. links Für die Verwendung in Experimenten, die ausschließlich im Tiefdruck durchgeführt werden, können 36 Aktivflächen gedruckt werden. Rechts: Layout für Experimente, die prozessübergreifend in Kombination mit Schlitzguss und Inkjet durchgeführt wurden.

Die Gravurparameter wurden über alle Experimente hinweg konstant gehalten und unterscheiden sich hauptsächlich im Schneidwinkel des Gravierstichels, siehe Abbildung 58. Der Schneidwinkel ist ein Maschinenparameter zur Herstellung der Gravuren. Durch den Schneidwinkel wird das Schöpfvolumen der Gravur und somit auch die übertragene Fluidmenge beeinflusst. Die Schichtdicke der applizierten Filme hängt allerdings von zusätzlichen Randparametern ab. Dazu gehört die Konzentration des Feststoffs in der Lösung ebenso wie etwa die Prozessparameter Anpressdruck, Rakeldruck, Rakelwinkel und Prozessgeschwindigkeit. Im Tiefdruck wurden die beiden Materialien QUPD und TSG-M appliziert. Da beide Materialien keine konzentrationsabhängige Viskositätsänderung in den Lösemitteln Toluol / O-Xylol / Indan / Tetralin aufweisen, wurden für beide identische Prozessparameter verwendet. Die Dosierung des Fluids erfolgte per Pipette direkt in den Spalt zwischen Druckform und Rakel. Alle Schichten wurden entweder auf PEDOT:PSS-beschichtetes oder blankes ITO-Glas gedruckt. Durch den Shuttletransport der Labordruckmaschine ist es möglich, das ITO-Glas auch bei hoher Prozessgeschwindigkeit im Tiefdruck zu bedrucken. Dass das Bedrucken rigider Glassubstrate und sogar Siliziumwafer im Tief- und Flexodruck möglich ist, haben schon verschiedene Veröffentlichungen gezeigt (Daume et al., 2014; Hrehorova et al., 2011; Raupp et al., 2016; Spiehl, Haming, Sauer, Bonrad

& Dörsam, 2015; Wegener et al., 2016). Die Trocknung der gedruckten, nassen Filme erfolgte auf dem Shuttle des Superproofer 220 unter einem Abzug, um reproduzierbare Trocknungsbedingungen zu ermöglichen.

Tabelle 11: Prozessparameter für tiefgedruckte Materialien.

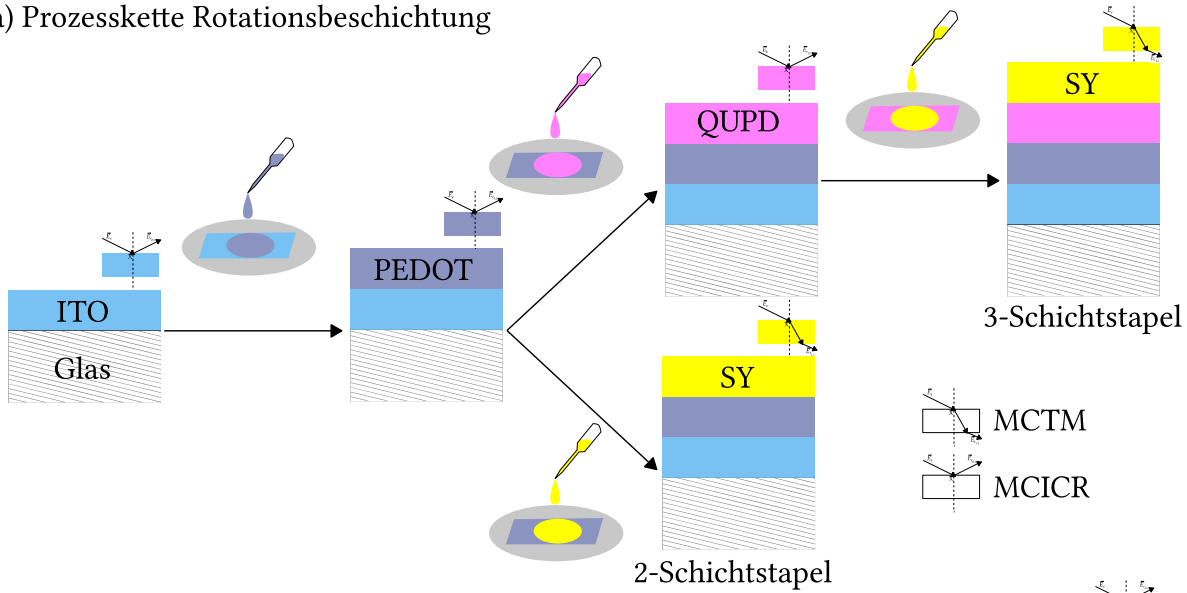
Material	Lösemittel	$C / \left(\frac{mg}{ml}\right)$	$v_{\text{print}} / \left(\frac{m}{s}\right)$	$F_{\text{print}} / \left(\frac{N}{mm}\right)$	$F_{\text{Rakel}} / \left(\frac{N}{mm}\right)$	Rakelwinkel / (°)
TSG-M	Indan / Tetralin (1:1)	30 – 35	5	10	0,5	70
TSG-M	Toluol	30 – 35	5	10	0,5	70
QUPD	O-Xylol / Indan (1:1)	15	5	10	0,5	70

Tabelle 11 zeigt eine Übersicht der verwendeten Prozessparameter der gedruckten Schichten. Neben den eingesetzten Lösemitteln sind auch die Konzentration der Tinten sowie die Maschinenparameter angegeben. Die Maschinenparameter wurden über alle Druckexperimente hinweg konstant gehalten.

5.2.3 Prozesskombinationen für die Herstellung der Mehrschichtstapel

Abhängig vom Material kommen, wie bereits beschrieben, unterschiedliche Prozesse zur Herstellung der Beschichtungen zum Einsatz. Zusätzlich zur Prozessierbarkeit muss auch die Messbarkeit der Schichten in Reflexion und Transmission materialabhängig gewählt werden. Eine Übersicht der verschiedenen Prozess- und Messkombinationen sowie deren Prozessabfolge sind in Abbildung 59 dargestellt. Die obere Prozesskette a) beschreibt die Herstellung der Mehrschichtstapel durch Rotationsbeschichtung. Dabei können ITO, PEDOT:PSS und QUPD mittels Reflexion gemessen werden, Superyellow muss aufgrund der photolumineszenten Materialeigenschaften in Transmission charakterisiert werden. In der Tiefdruckprozesskette in Abbildung 59 b) werden die Materialien QUPD und TSG-M 3817 mittels Tiefdruck prozessiert. Aufgrund der Probleme in der Prozessierung des PEDOT:PSS wird das Material übergreifend in allen Kombinationen wie beschrieben rotationsbeschichtet. Da die verarbeiteten Materialien in der Tiefdruckprozesskette fast keine Absorption besitzen, werden die daraus hergestellten Schichten mittels MCICR sukzessive nach jeder Schichtapplikation gemessen.

a) Prozesskette Rotationsbeschichtung



b) Prozesskette Tiefdruck

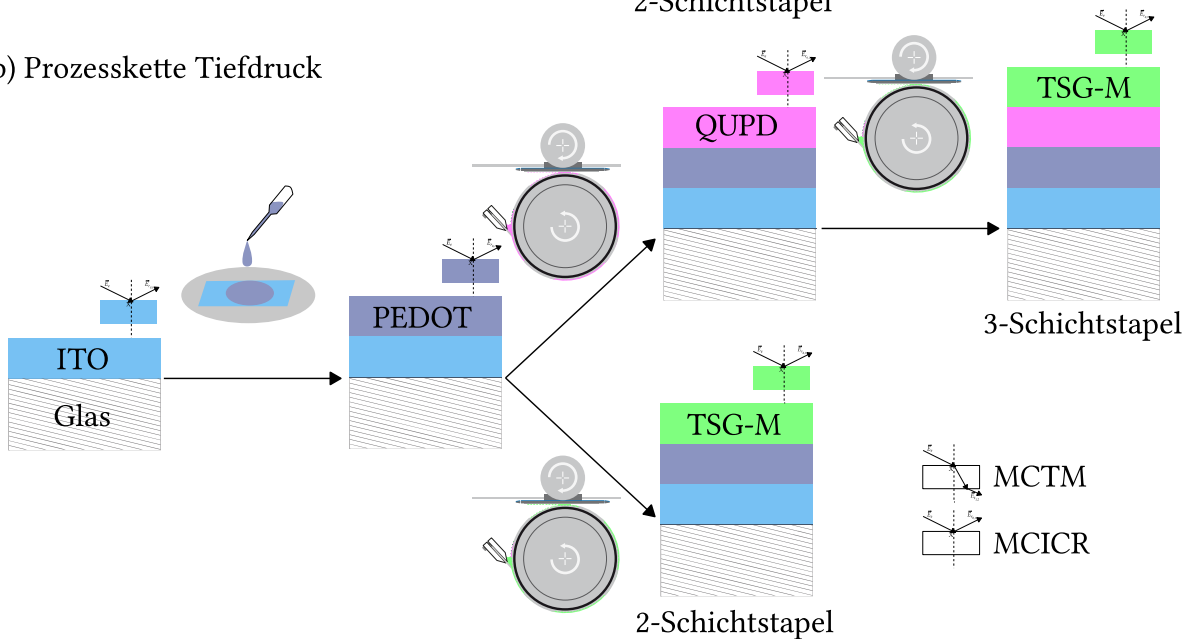


Abbildung 59: a) Prozesskette Rotationsbeschichtung b) Prozesskette Tiefdruck. In beiden Fällen wird das PEDOT:PSS rotationsbeschichtet. Die Symbole über den Schichten geben an, ob diese in Reflexion (MCICR) oder Transmission (MCTM) gemessen wurden

Innerhalb einer Prozesskette wird jede Schicht nach dem Auftrag charakterisiert und anschließend die nächste Schicht aufgebracht. Als Referenz dient dabei immer der Datensatz aus der vorhergegangenen Messung. Insgesamt besteht ein vollständiger Datensatz aus $(n + 1) * 5$ Aufnahmen für einen Schichtstapel aus n Schichten. Dies gilt nur, sofern Messungen in einer der beiden Messarten durchgeführt werden. Sofern Messungen in Transmission (MCTM) und Reflexion (MCICR) innerhalb eines Schichtstapels stattfinden, muss für jede Methode eine eigene Referenz aufgenommen werden, wie es in Prozesskette a) der Fall ist. Die Belichtungszeiten müssen für die Messungen beleuchtungsfarbkanalabhängig

angepasst werden, da die Intensität der Beleuchtung und die spektrale Empfindlichkeit des Sensors wellenlängenabhängig und somit nicht für alle Beleuchtungen konstant sind.

5.2.4 Prozessparameter geätzter ITO-Strukturen

Um ITO-Proben taktile auf deren Schichtdicke zu untersuchen, ist es notwendig eine Referenzkante in der Beschichtung zu erzeugen, die bis auf das Substrat herunterreicht. Hierzu wurden aus den $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$ großen Substraten neun Gläser der Größe $50\text{ mm} \times 50\text{ mm}$ geschnitten. Für die Ätzversuche wurden Streifen eines Polyimideklebandes auf die Substrate geklebt und anschließend die Ätzpaste isishape HiperEtch™ aufgerakelt, so dass auf dem Substrat ein geschlossener Film entstand. Der Film wurde anschließend bei $120\text{ }^{\circ}\text{C}$ für 15 min ausgeheizt. Der getrocknete Film wurde mit destilliertem Wasser abgespült. Zurück blieben geätzte Strukturen, die es ermöglichten, die Schichtdicke taktile über die entstandenen Kanten zu messen.

5.3 Schichtdickenmessungen an flüssigphasenprozessierten Mehrschichtstapeln

Die im folgenden Unterkapitel angeführten Messungen werden in der Reihenfolge der Prozessierung im OLED-Schichtstapel vorgestellt. Für jedes Materialsystem werden die zugehörigen berechneten Kontrastwerte sowie, falls vorhanden, taktile Messungen zur Verifikation der Schichtdicke gezeigt. Die Schichten ITO, PEDOT:PSS und QUPD werden in Reflexion (MCICR), das photolumineszente Material in Transmission (MCTM) gemessen. Zusätzlich werden alle Materialien durch Mehrschichtmessung (siehe Kapitel 4.2.5) charakterisiert. Das bedingt, dass die Schichtdickenprofile eventuell unterliegender Schichten bekannt sein müssen. Aus diesem Grund werden die Materialien sukzessive in Reihenfolge des OLED-Schichtstapels (siehe Abbildung 52) aufgebracht und analysiert.

5.3.1 Schichtdickenmessungen an geätzten ITO-Schichten

Um einen Überblick über die Schichtdicke der ITO-Schicht (Anode) zu bekommen, wurden Referenzkanten in vorbereitete Substrate geätzt (siehe Kapitel 5.2.4). Dadurch können diese taktile und anschließend optisch mittels MCICR gemessen werden. Über einen Vergleich der Höhe der gemessenen Referenzkante kann die MCICR gegen eine weitere Messmethode verifiziert werden. Die MCICR-Messung wurde unter Berücksichtigung der königsblauen, blauen, grünen, bernsteinfarbenen, roten und hyperroten Berechnungskanäle in einem Intervall der ITO-Dicke von $d = 0\text{ nm} - 220\text{ nm}$ durchgeführt. Die Ergebnisse sind in Abbildung 60 dargestellt: links die MCICR-Messung der geätzten Struktur mit

eingezeichneten Stellen, an denen gemessen wurde; rechts die taktilen Messungen, die zur Überprüfung herangezogen wurden. Für die taktile Analyse wurde ein DEKTAK 150 der Firma Veeco genutzt. Als Tastnadel kam eine $12,5\ \mu\text{m}$ Nadel zum Einsatz. Die Scanlänge betrug $400\ \mu\text{m}$.

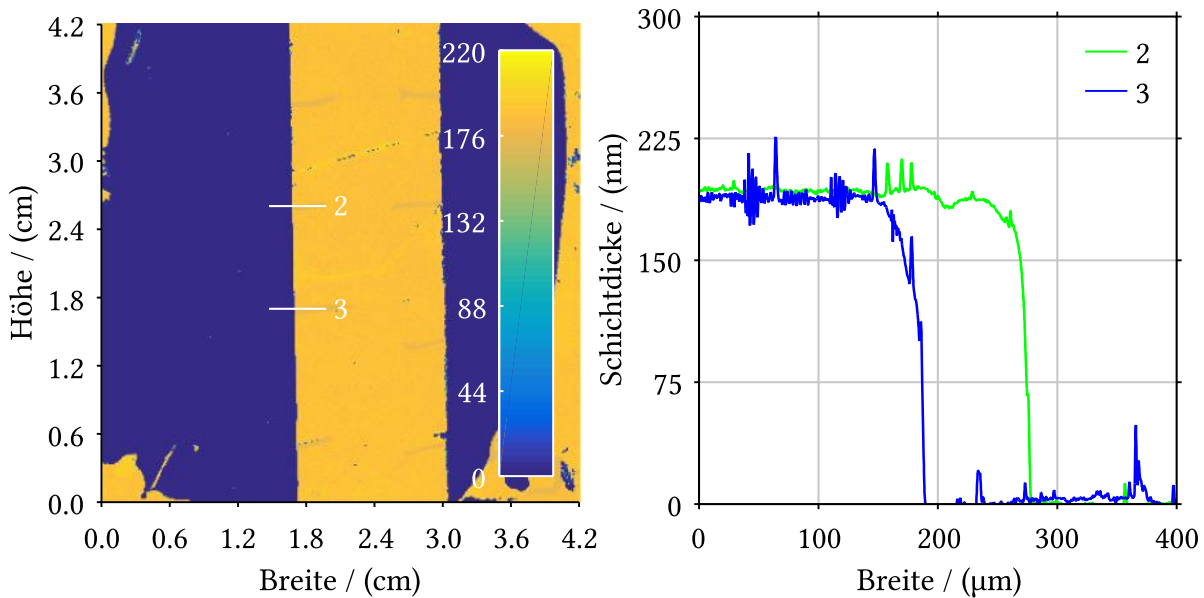


Abbildung 60: Links: Schichtdicke über das gesamte geätzte ITO-Substrat, gemessen mit MCICR. Die Ordinate- und Abszissenachse beschreiben die Abmessungen des verwendeten Substrats. Die Farbskala zeigt die Schichtdicke. Bei einer Breite von ca. $1,7\ \text{cm}$ wurde die Kante eingeätzt, über die die Schichtdicke an den Positionen 2 und 3 gemessen wurde. Rechts: Taktile Messungen an den Stellen 2 und 3.

Als Referenzpunkt für beide Messungen wurde die Kante bei einer Breite von ca. $1,7\ \text{cm}$, zu sehen in Abbildung 60 links, verwendet. Es ist notwendig die zu messende Position auf dem Substrat festzulegen, damit die Profilmessung des DEKTAK mit der lateralen MCICR-Messung verglichen werden kann. Die MCICR- und taktilen Messungen zeigen eine gute Übereinstimmung und ergeben eine Schichtdicke von $d \approx 190\ \text{nm} - 192\ \text{nm}$.

5.3.2 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten PEDOT:PSS-Filmen

Ausgehend von den gezeigten OLED-Schichtstapeln und der Herstellung der einzelnen Schichten, so zu sehen in Abbildung 59, werden hier exemplarisch die Messungen aus der Prozesskette a) gezeigt. Die theoretischen Kontrastwerte (siehe Kapitel 4.2.5) der in die Berechnungen einbezogenen königsblauen und blauen Berechnungskanäle sind in Abbildung 13 c), der verwendete Brechungsindex in Abbildung 54 dargestellt. Das Berechnungsintervall liegt zwischen $d = 0\ \text{nm} - 150\ \text{nm}$. Die Messparameter für PEDOT:PSS-Schichten sowie der Brechungsindex für die Materialien des Schichtstapels, gemessen bei $450\ \text{nm}$, sind in der nachfolgenden Tabelle 12 aufgeführt.

Tabelle 12: Übersicht über die Materialien im zu charakterisierenden Schichtstapel Glas/ITO/PEDOT:PSS sowie deren Schichtdicken, die für die MCICR-Messung als Eingangsgrößen dienen. Zusätzlich ist der Realteil n des Brechungsindex N bei 450 nm angegeben.

Material	Schichtdicke, Intervall	n (450 nm)
Glas	$0,7\text{ mm}$	1,5391
ITO	192 nm	1,8529
PEDOT:PSS	$0\text{ nm} - 150\text{ nm}$	1,5449

Aus den Brechungsindizes in Tabelle 12 lässt sich gut erkennen, dass die Materialkombination Glas / PEDOT:PSS aufgrund der kleinen Differenz in den Brechungsindizes $\Delta = 0,0058$ kein messtechnisch verwertbares Signal erzeugt, da somit der Reflexionsgrad R (berechnet nach Gleichung 3.21) mit $R = 3,5 \times 10^{-6}$ sehr gering ist. Die dünne PEDOT:PSS-Beschichtung wird daher auf Glas nur schwer messbar sein, wie Abbildung 61 zeigt.

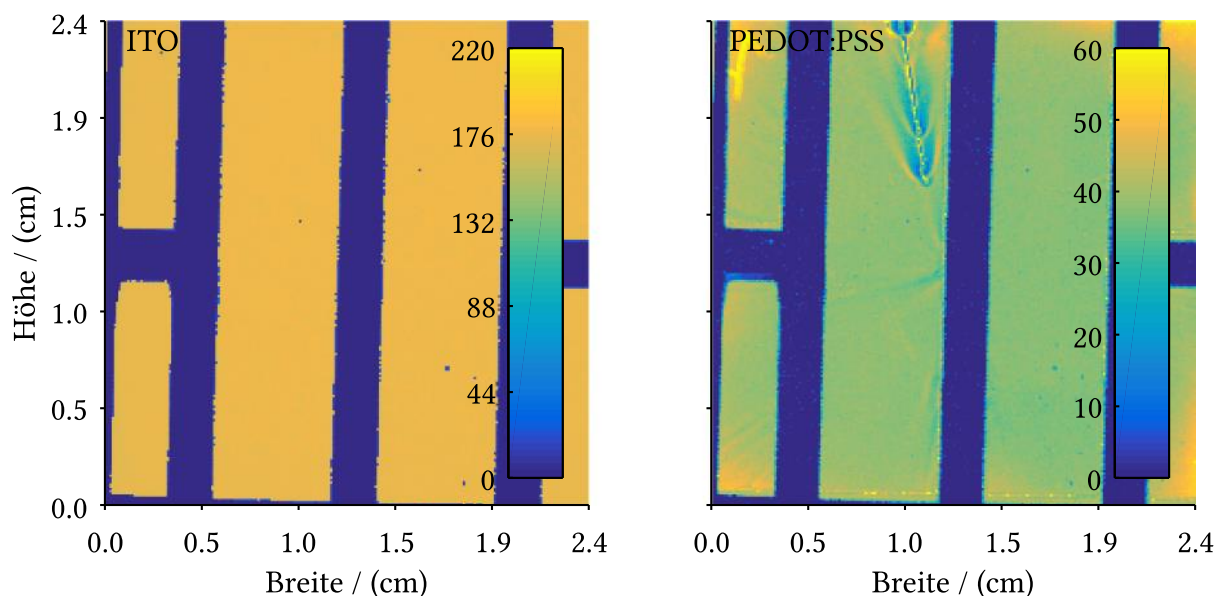


Abbildung 61: Links die gemessene ITO-Schichtdicke eines strukturierten ITO-Substrates. Rechts die gemessene Schichtdicke des auf dem strukturierten ITO-Substrat aufgetragenen PEDOT:PSS.

Stellvertretend für alle auf ITO-Substraten prozessierte PEDOT:PSS-Schichten wird hier ein Beispielsubstrat gezeigt, siehe Abbildung 61. Links ist die Schichtdicke eines strukturierten ITO-Substrates dargestellt. Die Ordinaten- und Abszissenachse zeigen die Abmessungen des Substrates, die Farbskala die Schichtdicke der ITO-Beschichtung auf dem Substrat. Dunkelblau stellt eine Schichtdicke von 0 nm , orange die Dicke der strukturierten ITO-Schicht von ca. 190 nm dar. Rechts ist die durch Rotationsbeschichtung flächig auf das ITO-Substrat (links) aufgetragene PEDOT:PSS-Schicht abgebildet. Obwohl die Schicht flächig

aufgebracht wurde, wird die PEDOT:PSS-Schicht auf Glas, die zwischen den ITO-Streifen liegt, nicht erkannt, bzw. auf $d = 0 \text{ nm}$ gesetzt. Das liegt am sehr geringen Reflexionsgrad der Grenzfläche Glas/PEDOT:PSS. Da die Schicht flächig aufgetragen wurde, liegt hier ein Berechnungsfehler und somit ein Erreichen der Systemgrenze vor. Hinsichtlich der Auflösung lässt sich festhalten, dass sie hoch genug ist, um Beschichtungsdefekte zu erkennen, so zu sehen in der oberen Hälfte der PEDOT:PSS-Schicht. Mit einer mittleren Schichtdicke von $d = (37,5 \pm 1,4) \text{ nm}$ liegt diese im Rahmen des Prozessstandards. Für die weitere Berechnung des Mehrschichtstapels wird die gezeigte PEDOT:PSS-Schicht verwendet.

5.3.3 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten QUPD-Filmen

Aufbauend auf den gemessenen PEDOT:PSS-Filmen und den daraus resultierenden Schichtdickenprofilen wird die Multilagenmessung (siehe Kapitel 4.2.4) angewendet, um die Profile der prozessierten QUPD-Schichten zu erhalten.

Das QUPD wird, wie in Abbildung 59 a) beschrieben, per Rotationsbeschichtung auf das PEDOT:PSS aufgebracht. Anschließend wird auf Basis der vorher gemessenen Schichtdickenprofile, der unterliegenden strukturierten ITO-Schicht und des PEDOT:PSS eine Mehrschichtmessung (berechnet nach Kapitel 4.2.5) durchgeführt. Die darauf folgenden Messungen der verschiedenen QUPD-Schichten wurden in Reflexion im königsblauen, blauen und grünen Beleuchtungsfarbkanal (BFK) bei Detektion im blauen und grünen Kamerafarbkanal (KFK) getätigt.

Tabelle 13: Übersicht der Messparameter der MCICR-Messung für den Schichtstapel Glas/ITO/PEDOT:PSS/QUPD. Das QUPD wurde per Mehrschichtmessung charakterisiert. Der Eintrag Schichtdickenprofil steht stellvertretend für das verwendete Schichtdickenprofil der jeweils unterliegenden Schichten, welches für die Mehrschichtmessung (siehe Kapitel 4.2.5) herangezogen wird.

Material	Schichtdicke, Intervall	$n (450 \text{ nm})$
Glas	$0,7 \text{ mm}$	1,5391
ITO	Schichtdickenprofil	1,8529
PEDOT:PSS	Schichtdickenprofil	1,5449
QUPD	$0 \text{ nm} - 150 \text{ nm}$	1,6866

In Tabelle 13 sind die Messparameter für die Mehrschichtmessung des QUPD in MCICR (berechnet nach Kapitel 4.2.3 und 4.2.5) dargestellt. Für das Glas wird eine homogene Dicke von $0,7 \text{ mm}$ angenommen.

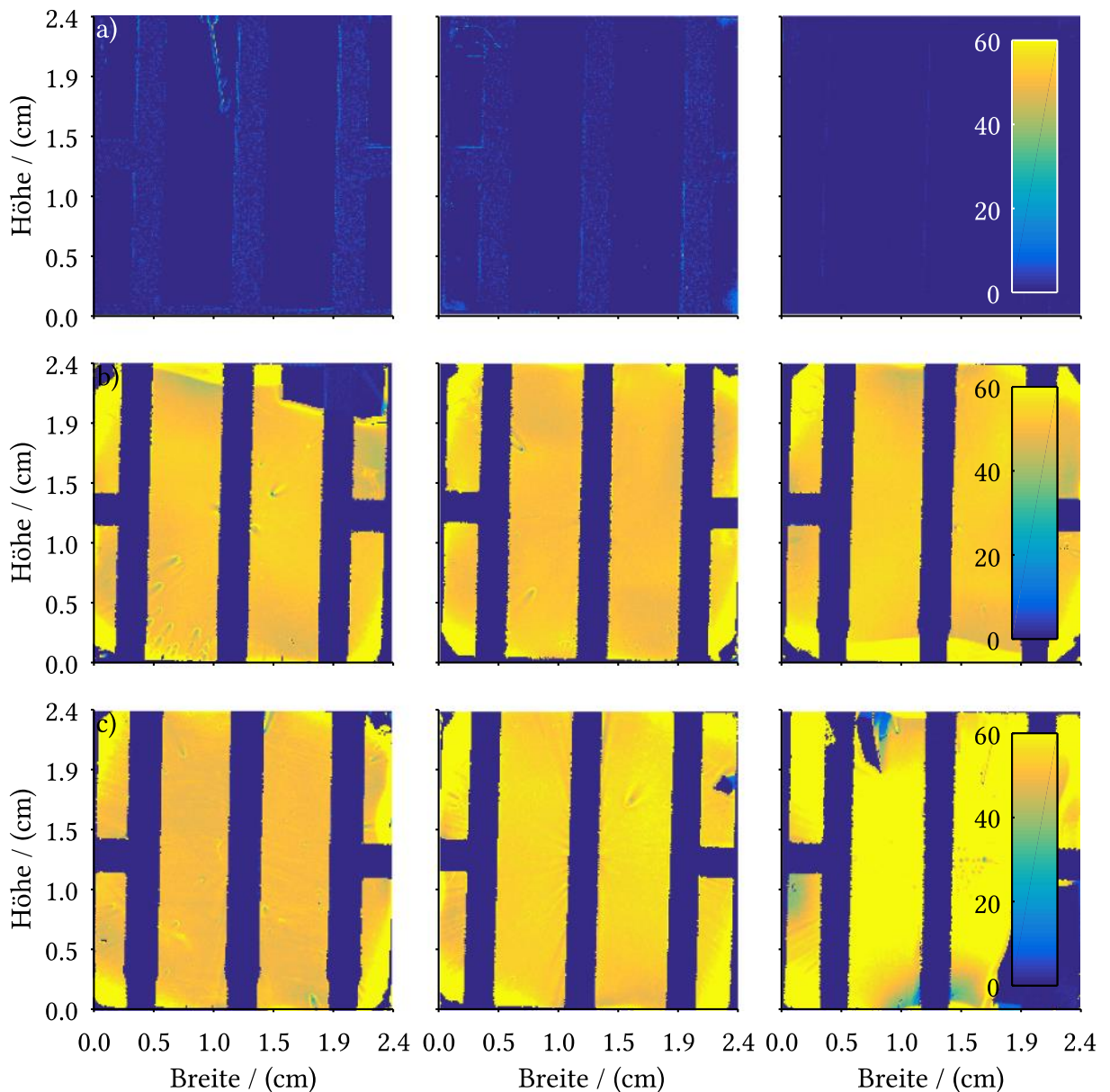


Abbildung 62: Profile der unbeschichteten Substrate (Reihe a)) und der mit QUPD-beschichteten Substrate (Reihen b) und c)). Auf der Ordinaten- und Abszissenachse sind die geometrischen Maße der Substrate aufgetragen. Die Schichtdicken sind über die Farbskala abgebildet. Reihe a) weist bis auf einige kleine Artefakte eine Schichtdicke von 0 nm für das QUPD auf. Die Reihen b) und c), die mit QUPD beschichtet wurden, zeigen eine Schichtdicke von 50 nm – 60 nm.

Für die strukturierte ITO-Schicht wird das gemessene Schichtdickenprofil aus Abbildung 61 links verwendet. Gleiches gilt für die gemessene PEDOT:PSS-Schicht. Auch hier werden die per MCICR-Mehrschichtmessung ermittelten Schichtdickenprofile zu Grunde gelegt.

Im Rahmen der Versuchsreihe wurden drei Substrate nicht mit QUPD beschichtet. Diese Schichtstapel bestehen aus Glas/ITO/PEDOT:PSS. Auf sechs weitere Substrate wurde QUPD aufgebracht. Diese Schichtstapel sind aus Glas/ITO/PEDOT:PSS/QUPD aufgebaut. Die Ergebnisse der beschichteten Substrate sind in Abbildung 62 zu sehen.

Die Schichtdickenmessung über Mehrschicht MCICR weist sowohl für die unbeschichteten, als auch für die beschichteten Substrate die richtige Schichtdicke auf. Die nicht beschichteten Proben in Abbildung 62, Reihe a) werden mit einer QUPD-Dicke von $d = 0 \text{ nm}$ gemessen. Die prozessierten QUPD-Proben zeigen eine Schichtdicke von $50 \text{ nm} - 60 \text{ nm}$. Durch das Rotationsbeschichten des QUPD sollte die Schicht homogen über das gesamte Substrat verteilt sein. Es ist jedoch das Streifenmuster der Anode zu sehen, die Schichtdicke geht zwischen den Streifen auf 0 nm herunter. Der Fehler aus der Berechnung des unterliegenden PEDOT:PSS (siehe Abbildung 61) setzt sich fort und führt zu einer Falschberechnung zwischen den strukturierten ITO-Streifen (siehe Abbildung 62, Reihe b) und c)). Ursache ist auch hier das geringe Reflexionsvermögen der Glas-PEDOT-Grenzfläche. Er lässt sich folglich nicht beheben.

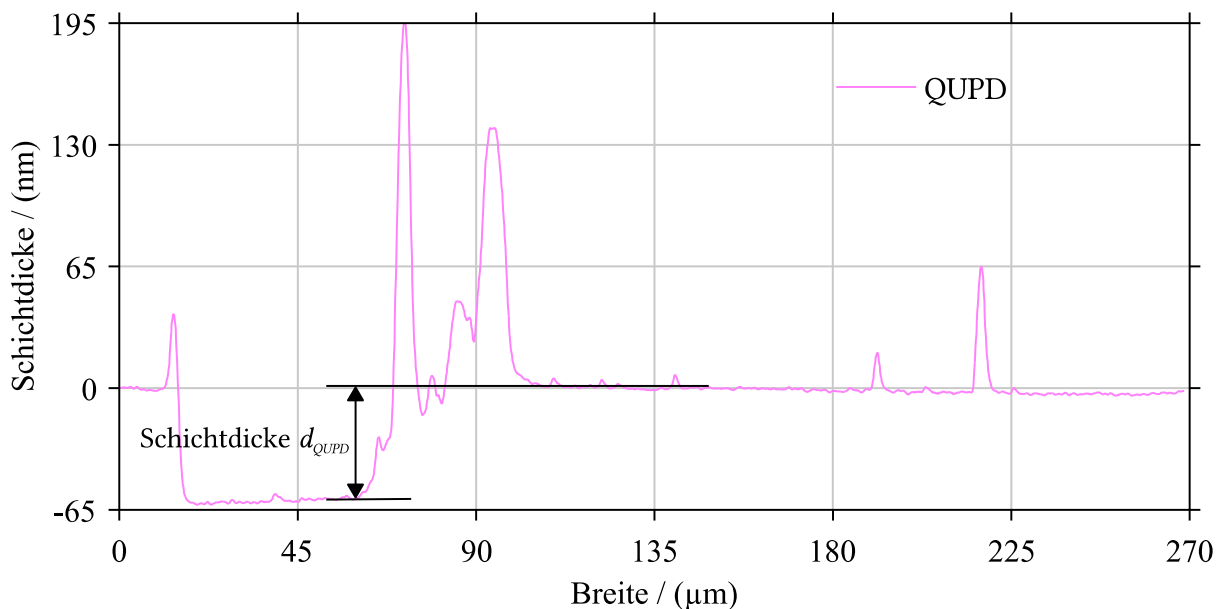


Abbildung 63: Taktiles gemessenes Profil einer rotationsbeschichteten QUPD-Schicht. Der Pfeil zeigt die über den Kratzer in der Schicht gemessene Schichtdicke.

Um die Schichtdicke des prozessierten QUPD zu überprüfen, wurde eine Probe taktile mittels eines DEKTAK 150 der Firma Veeco analysiert (siehe Abbildung 63). Dazu wurde ein Kratzer in die Schicht eingebracht, um die Messung über eine Kante zu erzeugen. Die Messung zeigt mit einer Schichtdicke von $d_{QUPD} = 62,5 \text{ nm}$ eine sehr gute Übereinstimmung mit den mittels Mehrschicht MCICR (siehe Abbildung 62) analysierten Profilen.

Im nächsten Schritt wurde die Superyellow-Schicht aufgebracht und anschließend mittels Mehrschicht MCTM gemessen.

5.3.4 Schichtdickenmessungen an rotationsbeschichteten Superyellow-Schichten

Superyellow als photolumineszentes Material wird in Transmission gemessen. Zusätzlich wird das Material mittels Mehrschichtmessung untersucht, das bedeutet, dass auch die Schichtdickenprofile der unterliegenden Schichten berücksichtigt werden. Obwohl sie nicht absorbieren, spielen die unterliegenden Schichten eine Rolle, da das Reflexionsvermögen einer jeden Grenzfläche in die Berechnung einfließt (siehe Kapitel 3.2.2 und 4.2.4). Die Messungen in Transmission erlauben eine robustere Bestimmung der Schichtdicke, weil die Kontrastwerte durch die Absorption zu eindeutigeren Zuordnungen führen, wie schon in Abbildung 20, Seite 55, dargestellt.

Tabelle 14: Übersicht der Messparameter der MCTM-Messung für den Schichtstapel Glas/ITO/PEDOT:PSS/QUPD/Superyellow. Das Superyellow wurde per Mehrschicht charakterisiert. Der Eintrag Schichtdickenprofil steht stellvertretend für das Schichtdickenprofil der jeweils unterliegenden Schichten, welches für die Mehrschichtmessung (siehe Kapitel 4.2.5) herangezogen wird. Das Intervall der untersten Zeile gibt den Schichtdickenbereich an, welcher für die Berechnung der theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$ verwendet wurde.

Material	Schichtdicke, Intervall	n (450 nm)
Glas	0,7 mm	1,5391
ITO	Schichtdickenprofil	1,8529
PEDOT:PSS	Schichtdickenprofil	1,5449
QUPD	Schichtdickenprofil	1,6866
Superyellow	0 nm – 150 nm	1,8717

Die Parameter, die für die Messung des mehrlagigen Schichtsystems verwendet wurden, sind in Tabelle 14 dargestellt. Die linke Spalte gibt die Reihenfolge der aufeinander prozessierten Schichten an, beginnend mit dem Substrat und dessen ITO-Beschichtung. Anschließend wurde die Schichtdicke der ITO-Beschichtung gemessen. Gefolgt vom Aufbringen der PEDOT:PSS-Schicht wird auf Basis der vorhergegangenen Messung das Schichtdickenprofil des PEDOT:PSS aufgenommen. Dem gleichen Ablauf folgt die Applizierung des QUPD und dessen Charakterisierung. Diese drei Schichtdickenprofile dienen als Eingangsgröße für die Mehrschicht MCTM-Messung der final aufgetragenen Superyellow-Schicht, deren theoretisches Schichtdickenintervall auf 0 nm – 150 nm festgelegt wird. Dieses Intervall bildet die Grundlage für die benötigten theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$ (siehe Kapitel 4.2.4 und 4.2.5). Da das Material stark im blauen Spektralbereich absorbiert (siehe Abbildung 19 und Abbildung 57), werden die theoretischen Kontrastwerte nur für die königsblaue und blaue Beleuchtung bei Detektion im blauen Kamerafarbkanal berechnet (siehe Abbildung 64).

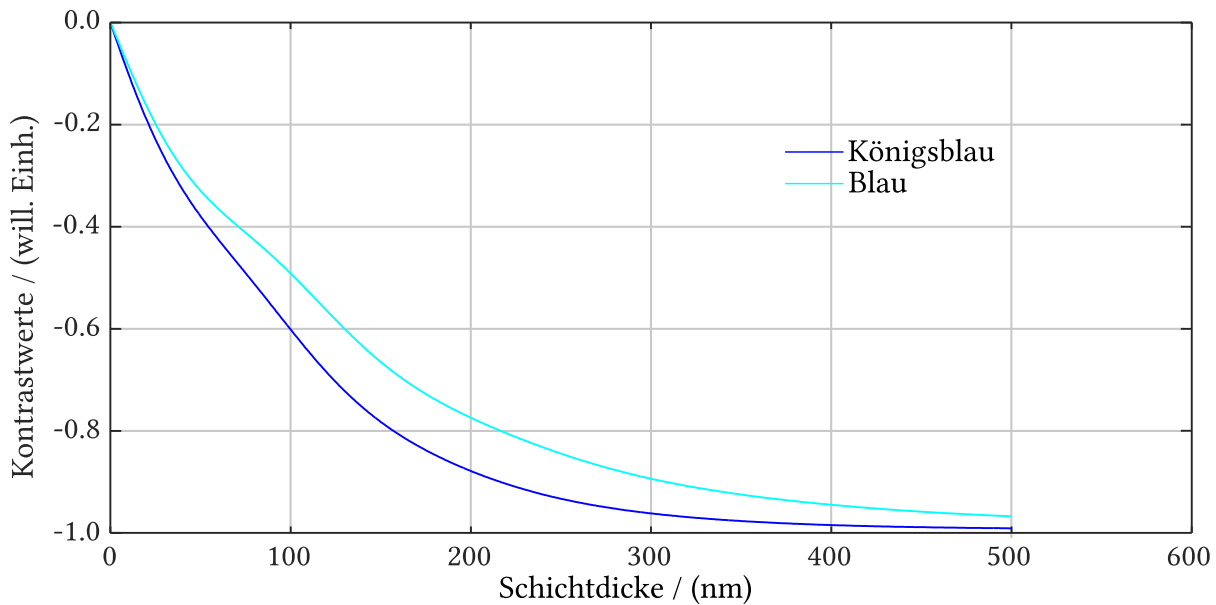


Abbildung 64: Verlauf der theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$, berechnet nach dem Modell in Kapitel 4.2.4 für das Materialsystem Superyellow auf ITO/PEDOT:PSS/QUPD in einem Schichtdickenintervall von $0\text{ nm} - 500\text{ nm}$. Es werden nur die beiden blauen Beleuchtungsfarbkanäle, evaluiert im blauen Kamerafarbkanal, ausgewertet. Die Messung erfolgt nach dem Messaufbau in Abbildung 24.

In Abbildung 64 sind die theoretischen Kontrastwerte $K_{i,j}^{theo}$ für die Mehrschicht MCTM-Messung des Schichtstapels ITO/PEDOT:PSS/QUPD/Superyellow in einem Schichtdickenintervall von $0\text{ nm} - 500\text{ nm}$ zu sehen. Die theoretischen Kontrastwerte wurden im königsblauen und blauen Beleuchtungskanal, evaluiert im blauen Kamerafarbkanal, berechnet. Es zeigt sich, dass die Absorption des Materials Superyellow zu einem starken exponentiellen Abfall der Kontrastwerte führt. Diese dominieren die aus der Reflexion stammenden leichten Modulationen. Somit ist die Gefahr der Mehrdeutigkeiten bei einem absorbierenden Materialsystem sehr gering. Das Messsystem in Transmission (MCTM) wird dadurch über einen breiten Schichtdickenbereich sehr robust, da eindeutig. Ergebnisse der Mehrschicht MCTM-Messung mit einer aufliegenden Superyellow-Schicht sind in Abbildung 65 abgebildet.

Diese zeigt neun verschiedene Proben, deren Mehrschichtstapel nach Tabelle 14 aufgebaut ist. Die oberste Schicht Superyellow wurde nach Prozesskette a) in Abbildung 59 aufgebracht. Die Prozessparameter waren für alle neun Proben identisch.

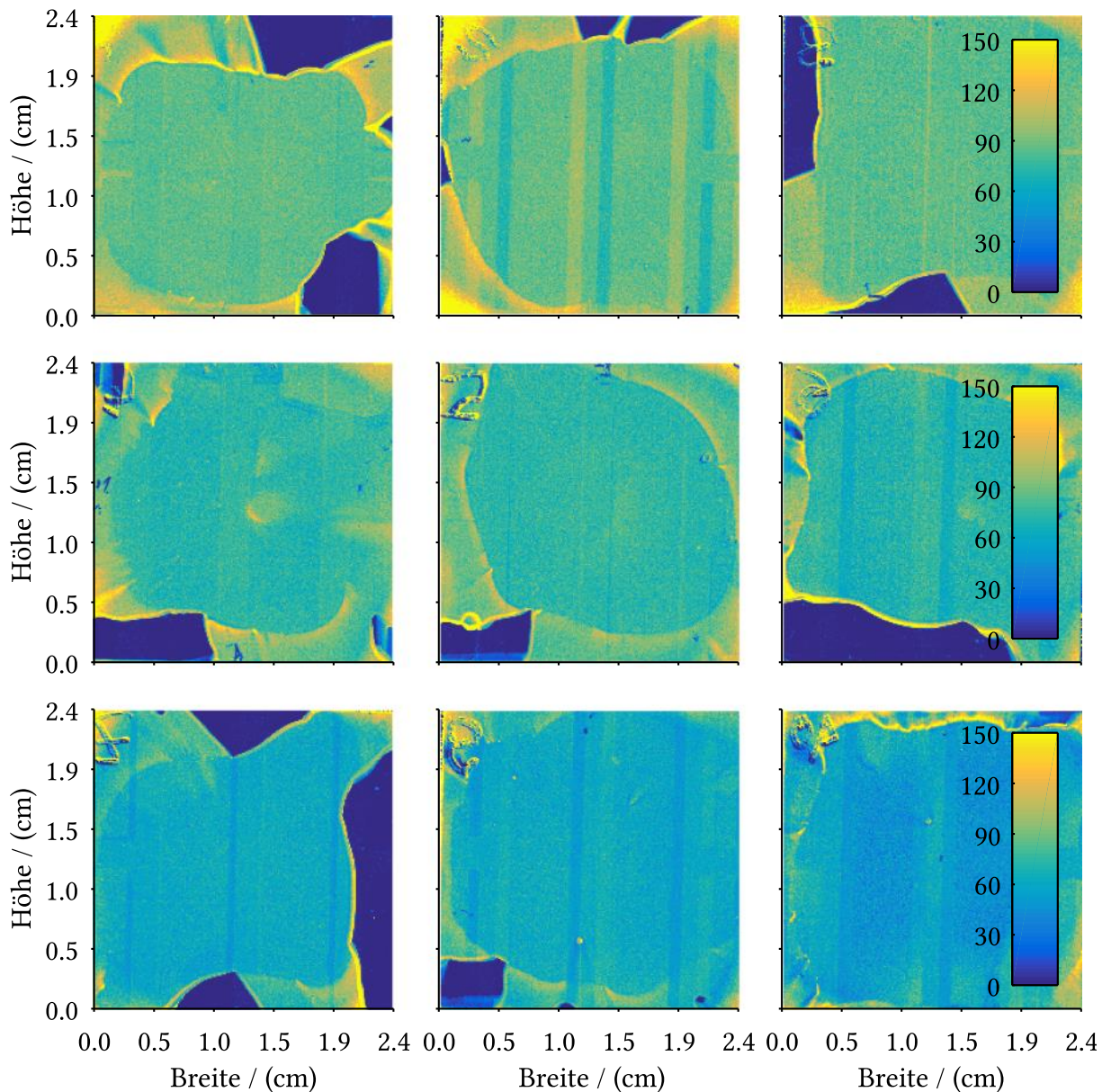


Abbildung 65: Schichtdickenprofile der neun rotationsbeschichteten Superyellow-Proben. Auf Ordinaten- und Abszissenachse sind die geometrischen Abmessungen aufgetragen, die Farbskala kodiert die Schichtdicke. Die mittige Probe weist parallel Streifen im Profil auf. Diese Streifen sind eine Falschberechnung und zeigen ein Problem des Messaufbaus: pixelgenaue Positionierung der Substrate bei Mehrschichtmessungen.

Die neun Schichtdickenprofile der obersten Superyellow-Schicht zeigen diverse Merkmale auf, die üblich für Rotationsbeschichtungsprozesse sind. Zum einen sind hier die Randwälle an den Außenseiten der Substrate, die zu einer höheren Schichtdicke führen, zu nennen, zum anderen Fehlstellen, an denen kein Material appliziert wurde. Diese weisen eine Dicke von 0 nm auf, so zu sehen in Abbildung 65, oberste Reihe links. Ein weiteres nicht rotationsbeschichtungsspezifisches Merkmal sind die über alle Proben hinweg auftretenden parallelen Streifen. Diese Falschberechnungen im Profil stammen aus der nicht pixelgenauen Repositionierung des Substrates bei Mehrfachmessung. Nach jedem Beschichtungsvorgang

wird die oberste Schicht der Probe neu bestimmt, um deren Profil zu erhalten. Dieses dient anschließend als Ausgangspunkt für die nächste Messung. Da hierfür die Probe aus dem Messaufbau entnommen werden muss, kann sie zurzeit bei Wiedereinlegen in den Messaufbau nicht pixelgenau ausgerichtet werden. Aus der Distanz der Streifen lässt sich abschätzen, dass die Genauigkeit der Repositionierung ca. $220\ \mu\text{m}$ beträgt. Durch technische Maßnahmen könnte die Präzision der Positionierung deutlich erhöht werden. Die gemessene Schichtdicke des Superyellow entspricht bei allen neun Proben der aus dem Prozessstandard in Tabelle 10 und beträgt $d = 80\ \text{nm} - 90\ \text{nm}$. Neben den Randwällen und zahlreichen Defekten, die aus dem Rotationsbeschichtungsprozess stammen, ist auffallend, dass die Substraterkennung, also die Erkennung der unterliegenden Schicht, in diesem Fall QUPD, sehr gut funktioniert.

5.3.5 Schichtdickenmessungen an tiefgedruckten Schichtstapeln

In den vorhergehenden Kapiteln wurden ausschließlich geätzte ITO-Beschichtungen (siehe Kapitel 5.3.1) sowie mehrlagige Schichtstapel, die durch Rotationsbeschichtung hergestellt wurden, charakterisiert (siehe Kapitel 5.3.2, 5.3.3 und 5.3.4).

Im Folgenden werden Schichtstapel aus den Materialien ITO, PEDOT:PSS, QUPD, TSG-M untersucht. Der Unterschied liegt hierbei in der Prozessierung. Sowohl das QUPD, als auch das TSG-M wurden durch das Tiefdruckverfahren auf die unterliegenden Schichten aufgebracht. Ein Überblick über die im Tiefdruck prozessierten Mehrschichtstapel ist in Abbildung 59 b) zu sehen. Die obere Prozesskette zeigt die Prozessierung des dreilagigen Mehrschichtstapels, während die untere Prozesskette die Herstellung des zweilagigen Mehrschichtstapels darstellt. Beide Prozessketten teilen sich den Schritt zur Aufbringung des PEDOT:PSS mittels Rotationsbeschichtung. Das in den Abbildungen eingefügte Symbol zeigt den verwendeten Prozess, die Farbe das prozessierte Material. Für die Farbkodierung sei an dieser Stelle auf die Abbildung 52 verwiesen. Als Messfläche wird die Aktivfläche des jeweiligen OLED-Pixels verwendet. Das ist vorteilhaft, da dort alle Schichten den maximalen Überlapp haben und es nicht, wie schon in Kapitel 5.3.2 gezeigt, zu Fehlmessungen im PEDOT:PSS durch das schlechte Reflexionsvermögen in der Glas/PEDOT:PSS-Grenzfläche kommt. Alle Proben wurden hierfür nach Abbildung 58 mit Layout 1 hergestellt. Gemessen wurden jeweils die beiden linken Spalten des prozessierten Mehrschichtstapels. Da bei dieser Prozessierung immer mehrere Flächen gleichzeitig auf einem Substrat beschichtet bzw. bedruckt werden, ist es einfacher, die Ergebnisse jeweils gruppiert aufzuzeigen. Aus diesem Grund werden die folgenden Messungen nicht nach Material, sondern nach Substrat gruppiert vorgestellt. Die Substrate sind bezeichnet nach TD1, TD2, TD3 und TD6.

Jede der folgenden Abbildung 66 - Abbildung 70 zeigt die sukzessive aufgebrachten Schichten, beginnend mit der PEDOT:PSS-Schicht, gefolgt von QUPD und TSG-M oder nur TSG-M. Die

Abbildungen beinhalten sowohl die Information über deren Herstellungsprozess, als auch über das Material, welches prozessiert wurde. Angezeigt wird dies durch die kleinen Symbole auf der linken Seite der Abbildungen. Die untenstehenden Nummern beziehen sich auf die Position auf dem Substrat gemäß Abbildung 58.

Ziel war es, den Einfluss der Lösemittel auf die zu prozessierende Schicht sowie die Grenzen der Messtechnik am Beispiel der gedruckten Schichten zu untersuchen. Hierzu wurde vor allem das TSG-M aus verschiedenen Lösemitteln prozessiert. Wie bereits in Tabelle 11, Kapitel 5.2.2 dargestellt, wurde das TSG-M aus Toluol oder Indan / Tetralin (1:1) verdruckt. Im Folgenden werden zunächst die 3-Schichtbauteile mit verschiedenen Lösemitteln für das TSG-M verglichen. Zuletzt wird das TSG-M in einem 2-Schichtbauteil untersucht. Gezeigt werden nur die Messungen an den OLED-Pixeln der Größe $14\text{ mm} \times 16\text{ mm}$.

Tabelle 15: Übersicht der Messparameter der MCICR-Messung für den Schichtstapel Glas/ITO/PEDOT:PSS/QUPD/TSG-M. Alle Schichten des Schichtstapels wurden per Mehrschichtmessung charakterisiert. Der Eintrag Schichtdickenprofil steht stellvertretend für das verwendete Schichtdickenprofil der jeweils unterliegenden Schichten, welches für die Mehrschichtmessung (siehe Kapitel 4.2.5) herangezogen wird.

Material	Schichtdicke, Intervall	n (450 nm)
Glas	0,7 mm	1,5391
ITO	192 nm	1,8529
PEDOT:PSS	Schichtdickenprofil	1,5449
QUPD	Schichtdickenprofil	1,6866
TSG-M	0 nm – 150 nm	1,7488

In Tabelle 15 sind die Messparameter für die hier gezeigten Messungen des Mehrschichtstapels aufgeführt. Für die ITO-Beschichtung wird eine durchschnittliche Dicke der Beschichtung von $d = 192\text{ nm}$ verwendet. Für die PEDOT:PSS und QUPD-Beschichtungen werden die gemessenen Schichtdickenprofile angenommen. Um das Reflexionsvermögen beurteilen zu können, sind auch die Realteile der Brechungsindizes n der Materialien bei $\lambda = 450\text{ nm}$ angegeben.

Für eine einschlägige theoretische Betrachtung solcher Phänomene sei auf die Veröffentlichungen von Stillwagon & Larson (1988, 1990) sowie Bornemann, Sauer & Dörsam (2010) und das Buch zum Thema gedruckte Elektronik von Nisato, Lupo & Ganz (2016) verwiesen. In den Abbildung 66 und Abbildung 67 sind die schichtweise aufgetragenen Filme für zwei identisch prozessierte Substrate (TD1 und TD6) zu sehen.

Bei der Gegenüberstellung und dem Vergleich der Unterschiede ist auffällig, dass in Abbildung 66 aufgrund eines größeren Defekts auf dem Substrat die Reihe 3 fehlt, es sind in diesem Fall nur zehn Pixel zu erkennen. Die Messflächen sind nicht identisch, sondern zeigen eine Abweichung von wenigen Millimetern. Durch die schwierige Repositionierung nach jedem Prozess- und Messschritt sind der Überlapp der einzelnen Schichten und die daraus nach Abbildung 23 definierte Messfläche leicht unterschiedlich. Auffällig bei beiden Substraten ist der keilförmige Verlauf des rotationsbeschichteten PEDOT:PSS, wobei bei gleicher Prozessierung das PEDOT:PSS in der Probe TD1 (siehe Abbildung 66, oberste Reihe) ca. $\Delta d = 5 \text{ nm}$ dicker ist als in Probe TD6 (siehe Abbildung 67, oberste Reihe). Außerdem ist gut zu erkennen, dass Partikel und Entnetzungsdefekte in Probe TD1 aufgetreten sind. Diese können bei weiterer Prozessierung zu einem Defekt in der OLED in Form eines Kurzschlusses führen. Aufbauend auf dem PEDOT:PSS wird das QUPD prozessiert.

Anhand der Probe TD1, QUPD in Abbildung 66, mittlere Reihe, ist gut zu sehen, dass ein einheitliches Schichtdickenbild des QUPD hergestellt wurde. Auch gut erkennbar sind die leicht wellenförmigen Muster, die von der viskosen Fingerbildung stammen, aber bereits sehr gut ausnivelliert sind. Auffällig erscheinen die kleinen Entnetzungen, die sich durch das gesamte QUPD ziehen. Allerdings ist auch hier eine Kernproblematik der Mehrschichtmessung ersichtlich. So ist in Pixel 2 in der oberen Reihe an den Kanten eine Falschzuordnung zu sehen, die eine dünnere Schicht vorgibt. Pixel 1, obere Reihe, zeigt starke Schwankungen und Inhomogenitäten. Nach Prozessstandard sollte das QUPD in etwa eine Schichtdicke von $d = 30 \text{ nm} - 45 \text{ nm}$ betragen.

Mögliche Ursachen für die Falschzuordnung (Kapitel 4.2.2) können zum einen in variierenden Brechungsindizes, zum anderen in Schwankungen des Reflexionsvermögens der Probe liegen. Beides sind Parameter, zu denen es experimentell zunächst keinen Zugang gibt. Noch deutlicher werden die Falschzuordnungen bei Betrachtung der obersten, vierten Schicht. Bis auf Pixel 4, oberer Reihe, sind bei allen weiteren Pixeln Falschberechnungen zu vermerken. Pixel 4 ist mit einer Dicke von $d \approx 90 \text{ nm}$ der einzige, der innerhalb des vorgegebenen Zielbereichs liegt und ein einheitliches Bild bezüglich der Schichtdickenzuordnung zeigt. Es fällt auf, dass das TSG-M in allen Pixeln von Benetzungsproblemen und kleineren Entnetzungsstellen betroffen ist. Dies deutet auf Probleme in der unterliegenden QUPD-Schicht hin. Prinzipiell sollte keine Benetzungsproblematik bei den gewählten Materialien

auftreten. Das lässt darauf schließen, dass während des Prozesses eine Verunreinigung im Material zu einer Änderung der physikalischen Eigenschaften geführt hat. Eine solche Verunreinigung könnte auch einen Einfluss auf die optischen Eigenschaften des prozessierten QUPD haben und somit die Fehler in der Schichtdickenzuordnung aufgrund von Fehlern in den theoretischen Kontrastwerten erklären.

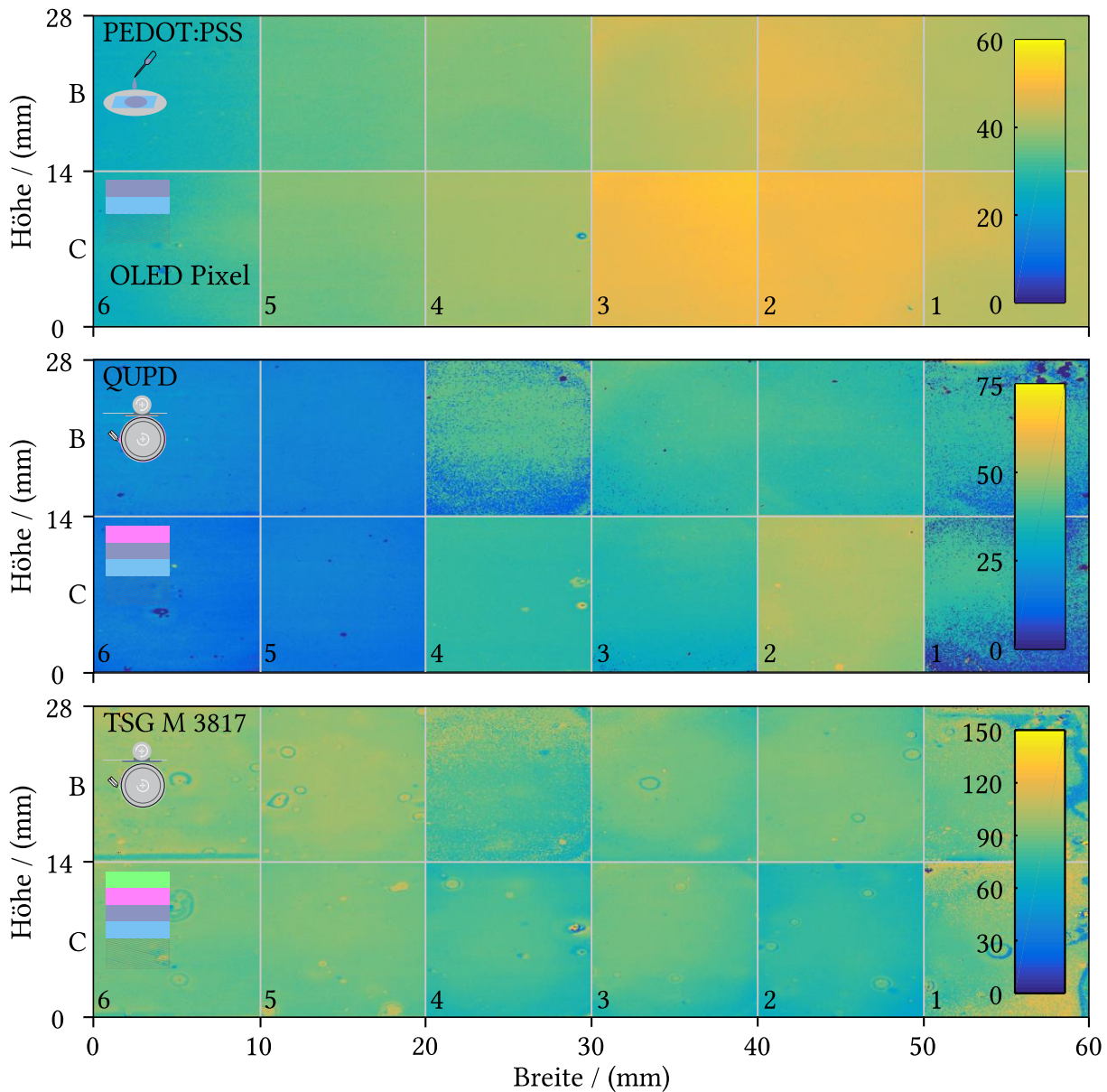


Abbildung 67: Schichtdickenprofile der sukzessiv aufgetragenen Schichten des 3-Schichtstapels der Probe TD6. Die oberste Schicht zeigt das Schichtdickenprofil des rotationsbeschichteten PEDOT:PSS, gefolgt von tiefgedrucktem QUPD und tiefgedrucktem TSG-M. Die Symbole geben den Herstellungsprozess und die prozessierte Schicht an. Die Zahl unten links korrespondiert zur prozessierten Aktivfläche nach Layout 1 (siehe Abbildung 58). Breite und Höhe sind die geometrischen Abmessungen des maximalen Überlapps aller prozessierten Schichten.

Wird als Vergleichswert die Probe TD6, Abbildung 67, mittlere Reihe herangezogen, so fällt auf, dass die QUPD-Schichten zwischen zwei Schichtdicken schwanken: zum einen $d = 20 \text{ nm}$, zum anderen $d = 45 \text{ nm}$. Das ist vor allem in Pixel 1 und Pixel 4 oben gut zu sehen. Hier handelt es sich um ein Problem mit Mehrdeutigkeiten, trotz Optimierung durch die Wahl der Beleuchtungs- und Kamerafarbkanäle.

Wird die abschließend aufgebraute Beschichtung aus TSG-M, für die Proben TD1 und TD 6 aus Indan / Tetralin prozessiert, betrachtet, so fällt im Vergleich der beiden Proben auf, dass die Homogenität in der Probe TD 6 (siehe Abbildung 67, unterste Reihe) deutlich besser als die der Probe TD1 (siehe Abbildung 66, unterste Reihe) ist. Die TSG-M-Schichten der Probe TD1 weisen in den Feldern 6B, 5B und 1C eine Abweichung vom Zielwert auf. Auffällig sind die Abweichungen in den Feldern 6B und 5B. Aufgrund der starken Stufenbildung von bis zu $d = 25 \text{ nm}$ - $d = 120 \text{ nm}$ ist davon auszugehen, dass auch hier Falschberechnungen vorliegen. Anders verhält es sich mit der Schichtdickenmessung des TSG-M in der Probe TD6. Dort liegen die Schichtdicken im geforderten Schichtdickenintervall $d = 85 \text{ nm} - 100 \text{ nm}$ und sind homogen.

Vergleich der Proben TD2 und TD3, TSG-M prozessiert aus Toluol

Um zu testen, ob die MCICR auch bei welligeren Schichten funktioniert, wurden als Vergleich zwei Substrate mit TSG-M beschichtet, welches in Toluol gelöst wurde, im Folgenden bezeichnet mit TD2 und TD3. Die Prozessierung der unterliegenden Schichten PEDOT:PSS und QUPD ist identisch zu denen der Proben TD1 und TD6. Symbole und Bezeichnungen sind analog zu denen in Abbildung 66 und Abbildung 67. Die Ergebnisse der Schichtdickenmessungen der Proben TD2 und TD3 sind in Abbildung 68 und Abbildung 69 dargestellt. Die Schichtdicken sowie die Profile der PEDOT:PSS Schicht der Proben TD2 und TD3 sind denen der Proben TD1 und TD6 sehr ähnlich. Auch hier sind die Schichten keilförmig. Auffallend bei TD3, 6B und 6C sind die Entnetzungen und der Randwall beim Übergang auf das unterliegende Substrat.

Gleiches gilt für das prozessierte QUPD. Es kommt in den Proben TD2 und TD3 zu Falschberechnungen und kleinen Entnetzungen. Diese führen zu starken Defekten im Film. Aufgrund des niedrigeren Siedepunkts des Toluol von $111 \text{ }^{\circ}\text{C}$ und des erhöhten Dampfdrucks haben die TSG-M-Filme weniger Zeit zu nivellieren (siehe Abbildung 68 und Abbildung 69, unterste Reihe). Dies führt zu einem inhomogenen Schichtdickenprofil, wie es auch schon bei Bornemann (2014) für ein niedrigviskoses funktionales Material, prozessiert aus Toluol, zu sehen ist. Auch beim TSG-M lässt sich festhalten, dass Falschberechnungen und Fehler aufgrund mangelnder Repositionierbarkeit der Probe im Messaufbau auftreten. Die gemessene Schichtdicke liegt im Bereich von $d = 60 \text{ nm} - 90 \text{ nm}$ im richtigen Bereich.

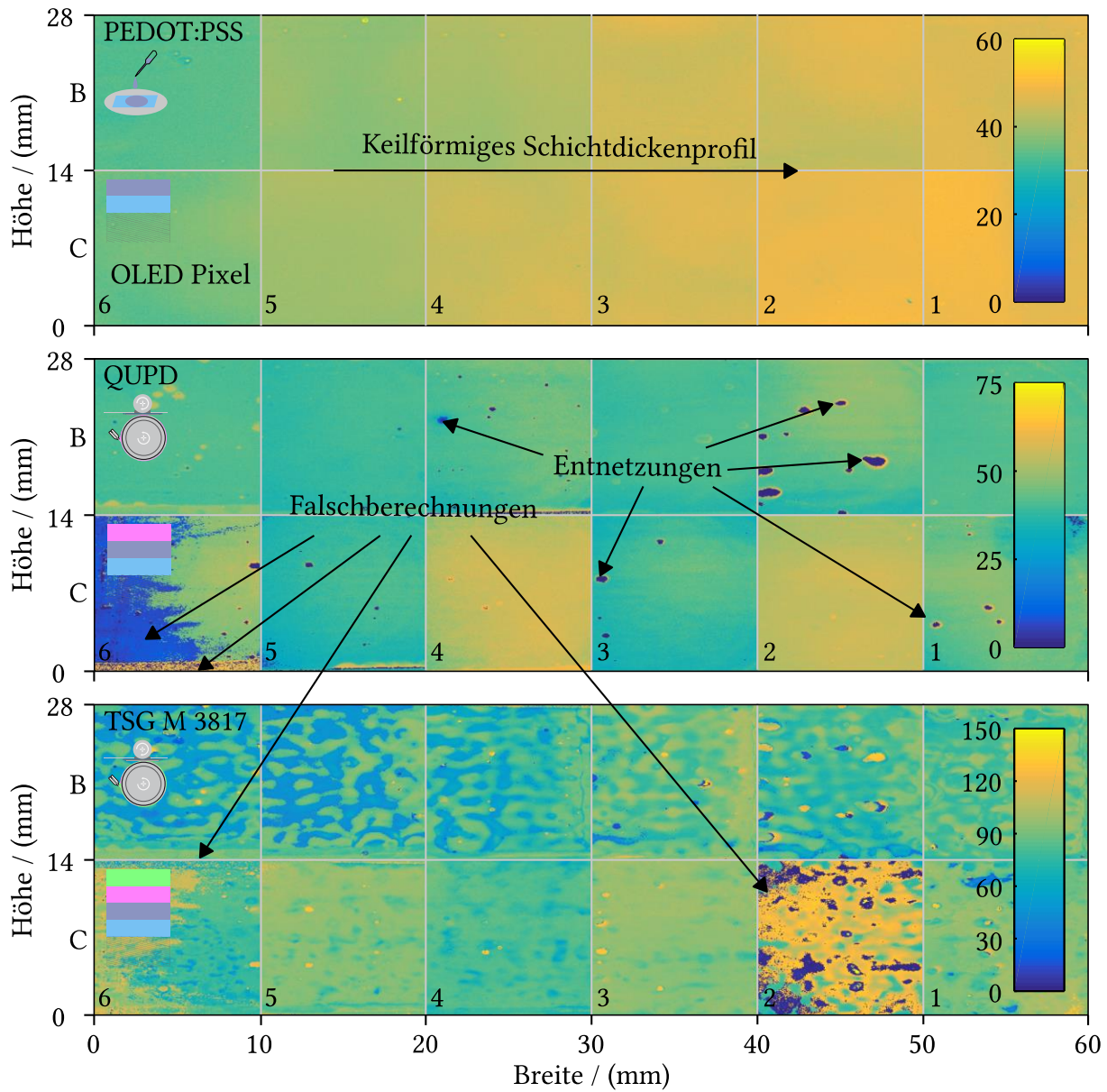


Abbildung 68: Gedruckte Schichten des 3-Schichtstapels der Probe TD2. Die oberste Schicht zeigt das rotationsbeschichtete PEDOT:PSS, gefolgt von tiefgedrucktem QUPD und tiefgedrucktem TSG-M, welches in dieser Probe aus Toluol prozessiert wurde.

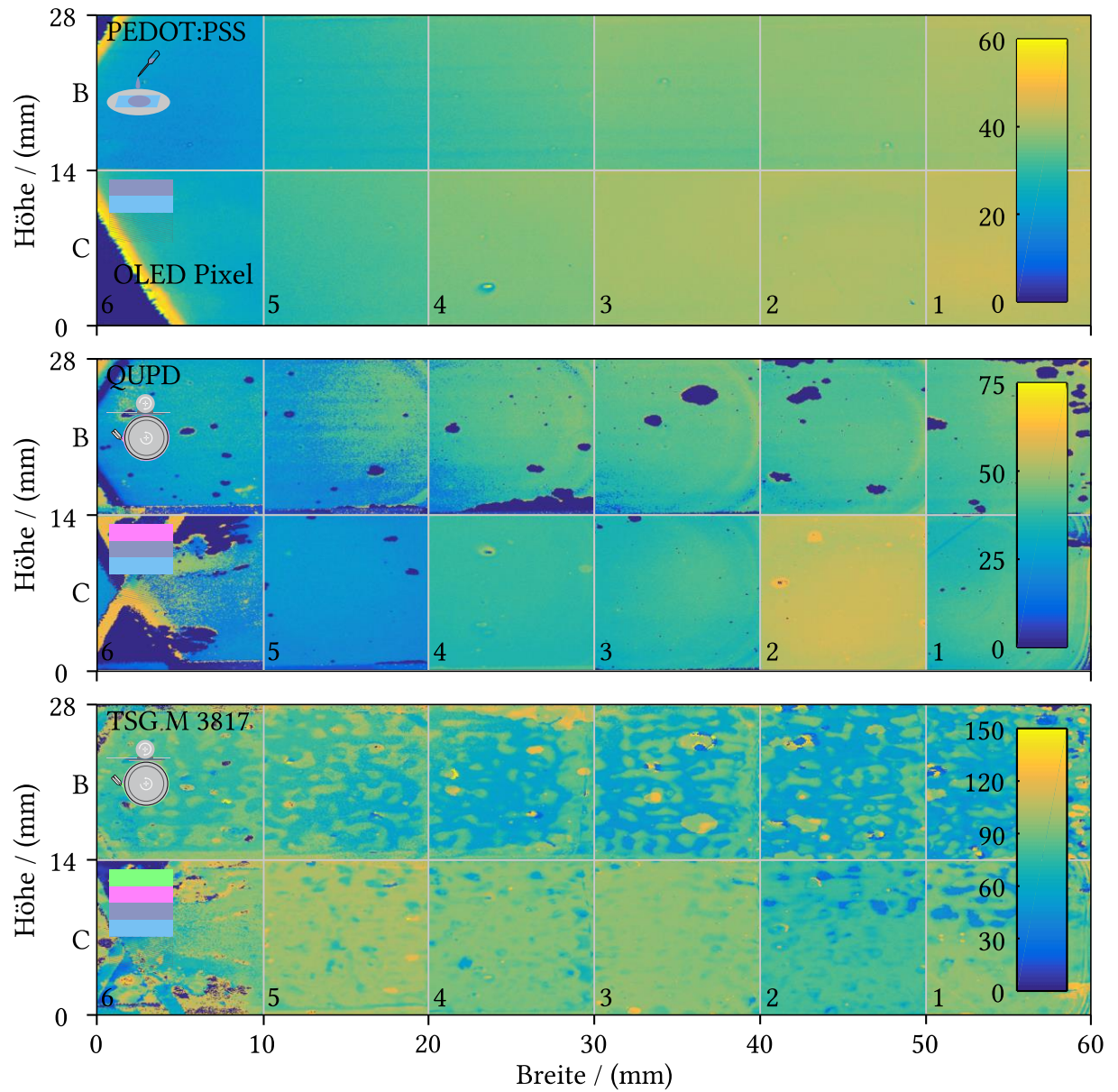


Abbildung 69: Gedruckte Schichten des 3-Schichtstapels der Probe TD3. Die oberste Schicht zeigt das rotationsbeschichtete PEDOT:PSS, gefolgt von tiefgedrucktem QUPD und tiefgedrucktem TSG-M, welches in dieser Probe aus Toluol prozessiert wurde.

Vergleichsprobe TD4, 2-Schichtstapel, TSG-M prozessiert aus Indan / Tetralin

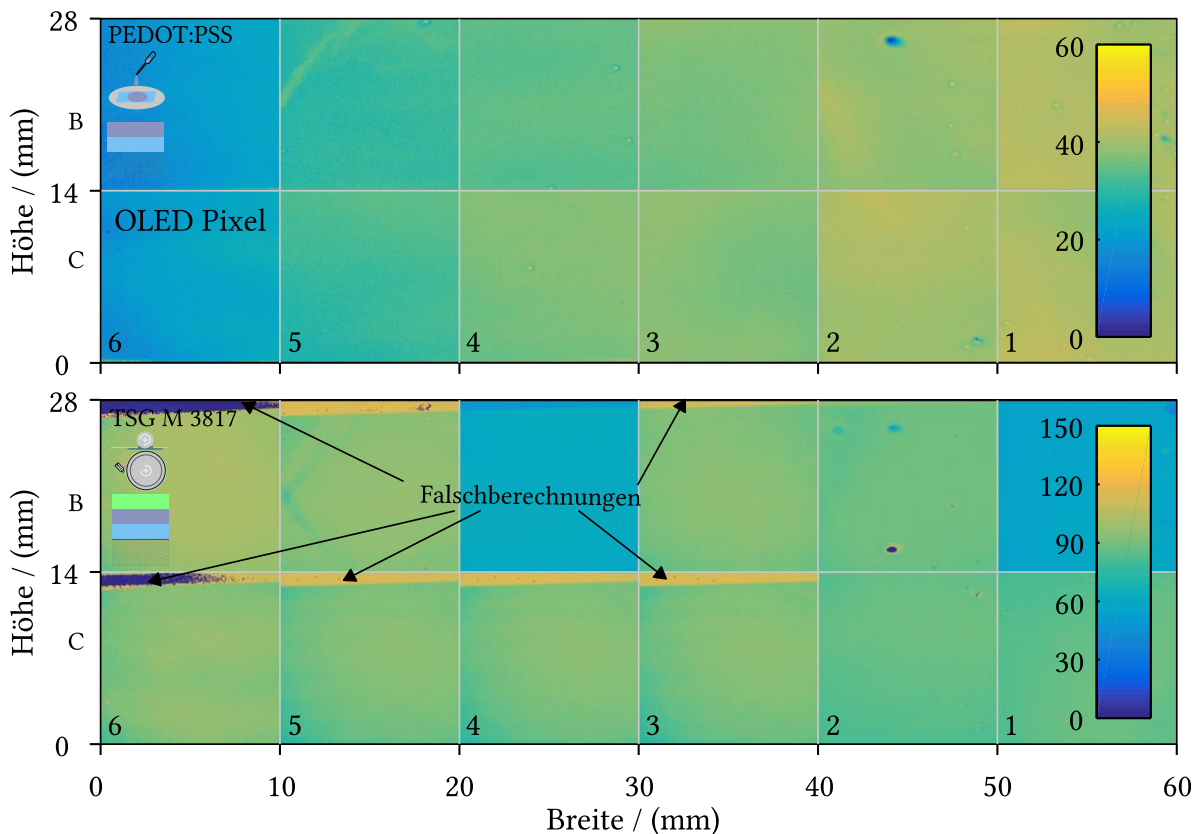


Abbildung 70: Schichtdickenmessungen der Probe TD4, bestehend aus rotationsbeschichtetem PEDOT:PSS und tiefgedrucktem TSG-M. Die oberste Reihe zeigt das Schichtdickenprofil des PEDOT:PSS, die untere Reihe die Profile des TSG-M.

Um den Einfluss des QUPD auf die MCICR zu untersuchen, wurde zu Vergleichszwecken eine Probe TD4, bestehend aus, ITO / PEDOT:PSS / TSG-M hergestellt. Das TSG-M wurde hierzu aus Indan / Tetralin aufgebracht, um eine möglichst homogene Schicht zu erzeugen. Die Ergebnisse sind in Abbildung 70 dargestellt. Es ist gut zu sehen, dass die Zielschichtdicke $d = 85 \text{ nm} - 100 \text{ nm}$, bis auf zwei Pixel (1B, 4B), von allen Pixeln erreicht wird. Auch die Schichtdickenzuordnungen sind robust und zeigen konsistente Ergebnisse in Form von homogenen Beschichtungen. Der keilförmige Verlauf der PEDOT:PSS-Schichten über das Substrat hinweg ist ebenfalls gut sichtbar. Prinzipiell sollten bei Messungen 3-lagiger Schichtstapel ähnliche Ergebnisse für die Proben TD1 und TD6 vorliegen. Diese sind jedoch trotz identischer Prozessierung verschieden und zeigen eine starke Falschzuordnung. Das lässt die Schlussfolgerung zu, dass das QUPD einen maßgeblichen Einfluss bei der Messung mehrlagiger Schichtstapel hat. Zum einen kann das an Verunreinigungen in der Prozessierung und somit abweichenden Brechungsindizes des Materials liegen, zum anderen an Veränderungen des reflektierten Signals. Diese können bei dünnen Schichten vor allem durch eine starke Änderung der Oberflächenrauigkeit auftreten. Es kommt zur Modulation

des reflektierten Lichtstrahls und, damit einhergehend, der Gesamtintensität der Interferenz. Dadurch wird die euklidische Distanz bei einer falschen Schichtdicke minimiert. Da die Falschzuordnung konsistent über alle mit QUPD prozessierten Schichtstapel auftritt, ist es wahrscheinlich, dass das Material verunreinigt ist oder durch die Prozessierung eine erhöhte Oberflächenrauigkeit besitzt. Für Leistungsdaten solcher gedruckter Mehrschichtstapel-OLEDs sei auf die Veröffentlichungen unter Mitarbeit des Autors von Merklein, Daume, Braig et al. (2019) sowie Raupp, Daume, Tekoglu et al. (2016) verwiesen.

5.4 Fazit

Auf Basis der gewonnenen Daten lassen sich mehrere Schlussfolgerungen bezüglich messbarer Materialsysteme, der Eignung der Messtechnik sowie deren messtechnischer Eigenschaften ziehen. Es kann aufgrund der Ergebnisse mit dem Probenmaterial Superyellow festgehalten werden, dass die Messungen absorbierender Materialien in Transmission robuster und deutlich weniger anfällig für Mehrdeutigkeiten sind. Der messbare Schichtdickenbereich ist lediglich durch die Kombination aus dem Extinktionskoeffizienten des messbaren Materials und dem Graustufenumfang des gewählten Sensors limitiert. Hierin liegt jedoch auch der Nachteil dieser Messmethode, der sich in einer reduzierten Wiederholgenauigkeit widerspiegelt. Durch die Absorption und damit einhergehende detektierte niedrige Graustufensignale sind die Bilddaten anfälliger für Rauschprozesse. Die deutlich höhere Robustheit der Messung in Transmission lässt sich sehr gut an den Mehrschichtstapelmessungen festmachen. Während die Messung des Materials Superyellow in Transmission auch bei drei unterliegenden Schichten robust funktioniert, erzeugt die Messung des Emitters TSG-M in Reflexion Mehrdeutigkeiten. Der Einfluss der unterliegenden Schicht QUPD ist aufgrund der Natur der Reflexionsmessung signifikant stärker; die Absorption und deren Messung ist dabei eindeutig, da die unterliegenden Materialien nicht oder nur schwach absorbieren. Bei der Messung solcher nicht absorbierender Materialien in Reflexion können somit trotz besserer Systemwiederholgenauigkeit Mehrdeutigkeiten auftreten, die zu einer starken Verfälschung des Messergebnisses führen. Als weitere limitierende Faktoren für diese Messmethode gelten die Materialien und deren optische Eigenschaften. Dies ist sehr gut am Beispiel der mit PEDOT:PSS rotationsbeschichteten ITO-Substrate erkennbar. Durch die Strukturierung entstehen sowohl ITO/PEDOT:PSS, als auch Glas/PEDOT:PSS-Grenzflächen. Aufgrund des geringen Unterschiedes im Brechungsindex der Materialien Glas/PEDOT:PSS wird nur ein geringer Teil an der Grenzfläche reflektiert. Der Sensor kann diese Intensität im Rahmen seines Graustufenumfangs nicht von der Intensität der Glas/Luft-Grenzfläche unterscheiden, die Schichtdicke wird daher falsch zugeordnet. Beim ITO und PEDOT:PSS sind die Unterschiede der Brechungsindizes so groß, dass das reflektierte Licht dieser Grenzfläche einfach detektiert werden kann. Somit ist eine

Grenze dieser Messsysteme erreicht. Es können nur Materialsysteme mit ausreichendem Kontrast, ermöglicht durch einen Unterschied im Brechungsindex oder durch einen vorhandenen Extinktionskoeffizienten, gemessen werden. Auch die genaue Bestimmung der Brechungsindizes muss gewährleistet sein; bereits geringe Abweichungen in den gemessenen Brechungsindizes können zu Fehlberechnungen und Mehrdeutigkeiten führen, so zu sehen am QUPD.

Auch auf der Hardwareseite hat sich gezeigt, dass es Bedarf für optimierte Lösungen, vor allem bei der Probenpositionierung, gibt. Gerade bei der Mehrschichtmessung müssen die Proben bei Messung nach jeder flüssigphasenprozessierten Schicht pixelgenau zurück auf die vorhergehende Position abgestimmt werden. Im Rahmen des hier gezeigten Aufbaus ist dies nur bedingt möglich, so dass es häufig zur Artefaktbildung in der Messung kommt, da die gemessene Reflexion des Substrates nicht zur Probe passt. Ebenso wäre eine höhere Auflösung als die bisher gezeigte wünschenswert, um weitere Informationen über die Oberflächentopographie zu erhalten. Hierzu müsste aber neben einem anderen Sensor auch eine Optik mit höherem Auflösungsvermögen verwendet werden.

Trotz der hardwareseitigen Limitierungen konnte für die MCICR eine Systemwiederholgenauigkeit von 1 % für Schichten mit einer Dicke $d > 20 \text{ nm}$ erreicht werden. Für die MCTM wurde eine Systemwiederholgenauigkeit von 2,5 % für Schichtdicken mit $d \approx 120 \text{ nm}$ erzielt. In Kombination mit der Messfläche von ca. 150 cm^2 können somit Beschichtungen verschiedener Materialsysteme schnell und zerstörungsfrei auf Homogenität und Schichtdicke hin überprüft werden.

6. Zusammenfassung und Ausblick

Die Möglichkeit, funktionale Bauelemente, wie etwa OLEDs, drucktechnisch herzustellen, führt auch zu neuen Anforderungen an die Prozess- und Messtechnik. Da diese Schichten über große Flächen homogen und frei von Defekten sein und sich in einem definierten Schichtdickenbereich befinden müssen, wird vor allem die Messtechnik vor eine Herausforderung gestellt. Es entsteht die Notwendigkeit, großflächig und zerstörungsfrei Schichtdickenmessungen durchführen zu können und jede Schicht nach deren Applizierung zu überprüfen. So können defekte Schichten ausgebessert oder auch Bauteile aussortiert werden, bevor weiteres Material verschwendet wird.

Bis dato existieren zwei Messmethoden, basierend auf Messungen des transmittierten und des reflektierten Lichtes (ICR) eines auf eine Grenzfläche auftreffenden Lichtbündels. Durch die Verwendung einer weißen Lichtquelle kommt es dabei zu Einschränkungen, sowohl hinsichtlich der messbaren Schichtdicken, als auch der Materialien. Um eine größere Bandbreite an Materialien und Schichtdickenbereichen messen zu können, wurde in dieser Arbeit die MCICR-Methode auf Basis der ICR-Methode und die MCTM-Methode entwickelt. Als Randbedingung für die Entwicklung sollten möglichst handelsübliche, günstige und einfach zu integrierende Komponenten, wie etwa Canon-Systemkameras, verwendet werden.

Die zugrunde liegende Berechnung wurde hierfür auf multispektrale Beleuchtung weiterentwickelt und die Möglichkeit, speziell absorbierende bzw. fluoreszierende Material- und Probensysteme messen zu können, hinzugefügt. Neben der Option, unterschiedliche Materialsysteme durch den reflektierten und transmittierten Bestandteil eines Lichtstrahls messen zu können, wurde auch eine Methode implementiert, mehrere Schichten sukzessive auf Basis der unterliegenden Schichtdickenprofile zu charakterisieren, so dass auch Mehrschichtsysteme nach jedem Prozessschritt gemessen werden können, ohne weitere Messstufen hinzufügen zu müssen.

Ausser der Berechnung des optischen Modells wurde auch der Messaufbau für die zugrundeliegende Aufgabe neu ausgelegt und charakterisiert. Dies beinhaltet neben der Entwicklung einer geeigneten multispektralen Beleuchtungsquelle auch die Integration der optischen Komponenten in Form eines telezentrischen Objektivs und einer handelsüblichen Matrix-CMOS-Kamera. Aufgrund der theoretisch 21 verschiedenen Kombinationen der RGB-Kamera, der multispektralen Beleuchtung und der damit verbundenen großen Anzahl an Einzelaufnahmen für eine Messung wurde ein Konzept zur vollautomatischen Steuerung und Auswertung auf MATLAB-Basis umgesetzt. Für die Modellierung ist es notwendig, die spektrale Empfindlichkeit der Optik-Sensor-Kombination und das Leistungsspektrum der multispektralen LED-Beleuchtung wellenlängenabhängig zu vermessen. Dies wurde mittels gängiger UV-Vis-Spektrometer durchgeführt. Um eine solche messtechnische Anwendung im

F&E-Umfeld einsetzen zu können, ist es elementar diese zu ermitteln. Daher wurden die zwei verschiedenen Matrix-RGB-Sensoren unter Anlehnung an den EMVA 1288-Standard und das Gesamtsystem hinsichtlich Auflösung, Systemempfindlichkeit und Wiederholgenauigkeit charakterisiert. Die Gesamtsystemcharakterisierung erfolgte sowohl für die Messung in Transmission, als auch in Reflexion. Die optische Auflösung des Systems kann über die Auswahl der Optik-Sensor-Kombination angepasst werden und bestimmt letztendlich die messtechnische Nutzbarkeit für verschiedene Anwendungen im Bereich dünner Beschichtungen.

Die Evaluierung der MCICR und MCTM fand mittels verschiedener OLED-Schichtstapel statt. Dazu wurden das System sowie dessen Genauigkeit anhand verschiedener Mehrschicht-OLED-Stapel getestet. Die Mehrschichtstapel wurden mit Hilfe unterschiedlicher Flüssigphasenprozesse aufeinander aufgetragen und sukzessive gemessen. Die Schichtreihenfolge des Stapels bestand aus ITO-beschichtetem Glas, gefolgt vom Lochinjektionsmaterial PEDOT:PSS, auf welches QUPD als Lochtransportschicht aufgebracht wurde. Als Emitter diente TSG-M oder Superyellow. Somit wurde sukzessive die Schichtdicke vierer aufeinander prozessierter Materialien mittels MCICR und MCTM gemessen. Abschließend erfolgten die Evaluation und die Diskussion des Resultats der Schichtdickenmessung. Um die Ergebnisse beurteilen zu können, wurden Referenzproben taktil vermessen und diese Ergebnisse mit der optischen Messung verglichen.

Durch diese Messtechnik ergibt sich erstmals die Möglichkeit, aufeinander prozessierte Schichten zerstörungsfrei und ohne Referenzkante optisch zu messen und dabei ganze Substrate auf einmal zu charakterisieren. Dadurch können Proben großflächig hinsichtlich ihrer Homogenität und somit Prozessstabilität untersucht werden. Die Messmethoden sind in Kombination aufgrund der Filterung nicht materialbegrenzt und können auch photolumineszente Schichten charakterisieren. Die im Rahmen dieser Arbeit entwickelten Messmethoden können aber nicht nur in der gedruckten organischen Elektronik zur Kontrolle von flüssigphasenprozessierten Schichten, sondern in jeglichen Dünnschichtanwendungen zur Kontrolle semitransparenter und transparenter Schichten eingesetzt werden. Neben der einfachen Übertragbarkeit auf andere Kamerasysteme sind auch komplexere Inspektionssysteme mit mehreren Kameramodulen für die Inline-Qualitätskontrolle denkbar.

7. Literaturverzeichnis

- Apilo (2015)** *Roll-to-Roll printing of organic photovoltaic cells and modules*. Dissertation, University of Oulu. Tampere. Zugriff am 01.12.2016. Verfügbar unter <http://www.vtt.fi/inf/pdf/science/2015/S101.pdf>
- Arduino (2018)** *Arduino Uno Rev3*. Zugriff am 12.05.2018. Verfügbar unter <https://store.arduino.cc/arduino-uno-rev3>
- Avantes BV (2018a)** *AvaLight-DH-S-BAL Balanced Power*. Zugriff am 16.05.2018. Verfügbar unter <https://www.avantes.com/products/light-sources/item/238-avalight-dh-s-balanced-deuterium-halogen-light-source>
- Avantes BV (2018b)** *AvaSpec-ULS3648 High-resolution Spectrometer*. Zugriff am 16.05.2018. Verfügbar unter <https://www.avantes.com/products/spectrometers/starline/item/209-avaspec-uls3648-high-resolution-spectrometer>
- Baía, Quintela, Mendes et al. (1999)** Performances exhibited by large area ITO layers produced by r.f. magnetron sputtering. *Thin Solid Films* 337 (1-2), 171–175. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(98\)01393-5](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(98)01393-5)
- Bardeen & Brattain (1948)** The Transistor, A Semi-Conductor Triode. *Physical Review* 74 (2), 230–231. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.74.230>
- BASF, Merck, Karlsruher Institut für Technologie - Thin Film Technology et al. (2013)** *Schlussbericht zum Verbundprojekt "OLED: Gedruckte organische Leuchtdioden (PrintOLED) "*. Verfügbar unter <https://www.tib.eu/en/search/id/TIBKAT%3A816957010/Schlussbericht-zum-Verbundprojekt-OLED-Gedruckte/> <https://doi.org/10.2314/GBV:816957010>
- Bayer (1975)**. Eastman Kodak Company (Anmelder), US3971065A Patent.
- Beer (1852)** Bestimmung der Absorption des rothen Lichts in farbigen Flüssigkeiten. *Annalen der Physik und Chemie* 162 (5), 78–88. <https://doi.org/10.1002/andp.18521620505>
- Bergamini & Silvi (Hrsg.) (2016)** *Applied photochemistry. When light meets molecules* (Lecture notes in chemistry, volume 92). Cham: Springer.
- Bergqvist, Mauger, Tvingstedt et al. (2013)** In situ reflectance imaging of organic thin film formation from solution deposition. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 114, 89–98. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2013.02.030>

- Berning (1956)** Note Concerning Multiple Reflections within Absorbing Thin Films. *Journal of the Optical Society of America* 46 (10), 779. <https://doi.org/10.1364/JOSA.46.000779>
- Birnie (2004)** Optical video interpretation of interference colors from thin transparent films on silicon. *Materials Letters* 58 (22-23), 2795–2800. <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2004.04.018>
- Birnie, Haas & Hernandez (2010)** Laser interferometric calibration for real-time video color interpretation of thin fluid layers during spin coating. *Optics and Lasers in Engineering* 48 (5), 533–537. <https://doi.org/10.1016/j.optlaseng.2009.12.021>
- Blodgett (1934)** Interference Colors in Oil Films on Water. *Journal of the Optical Society of America* 24 (12), 313. <https://doi.org/10.1364/JOSA.24.000313>
- Blodgett (1939)** Use of Interference to Extinguish Reflection of Light from Glass. *Physical Review* 55 (4), 391–404. <https://doi.org/10.1103/PhysRev.55.391>
- Bornemann (2014)** *Characterization and Investigation of Large-Area, Ultra-Thin Gravure Printed Layers*. Dissertation, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt. Verfügbar unter <http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/3847/>
- Bornemann & Dörsam (2013)** A flatbed scanner for large-area thickness determination of ultra-thin layers in printed electronics. *Optics Express* 21 (19), 21897. <https://doi.org/10.1364/OE.21.021897>
- Bornemann, Sauer & Dörsam. (2010)** Thin Film Behavior after Ink Transfer in Printing Processes. In Organic Electronics Association (Hrsg.), *Proceedings Large Area Organic & Printed Electronics Convention. International Conference and Exhibition for the Organic and Printed Electronics Industries*. Frankfurt, M.
- Bornemann, Sauer & Dörsam (2011)** Gravure Printed Ultrathin Layers of Small-Molecule Semiconductors on Glass. *Journal of Imaging Science and Technology* 55 (4), 40201. <https://doi.org/10.2352/J.ImagingSci.Technol.2011.55.4.040201>
- Bosch Rexroth AG (2017a)** *Einfassprofil*. Zugriff am 22.03.2018. Verfügbar unter https://www.boschrexroth.com/ics/cat/?cat=Assembly-Technology-Catalog&m=&u=si&o=Desktop&p=g257282,g265680,g274388,p890945&pi=0DBC9E2-AC13-6026-3D82CF0313291A27_IC82

- Bosch Rexroth AG (2017b)** *Strebenprofil 20x20*. Zugriff am 22.03.2018. Verfügbar unter https://www.boschrexroth.com/ics/cat/?cat=Assembly-Technology-Catalog&m=&u=si&o=Desktop&p=g257282,g265680,g274384,g295280,p826829&pi=0DBC B9E2-AC13-6026-3D82CF0313291A27_ICS_82
- Bosch Rexroth AG (2017c)** *Winkel 20/20*. Zugriff am 22.03.2018. Verfügbar unter https://www.boschrexroth.com/ics/cat/?cat=Assembly-Technology-Catalog&m=&u=si&o=Desktop&p=g257282,g265680,g265681,g265692,p881081&pi=0DBC B9E2-AC13-6026-3D82CF0313291A27_ICS_82
- Bosch Rexroth AG (2017d)** *Würfelverbinder 20/3*. Zugriff am 22.03.2018. Verfügbar unter https://www.boschrexroth.com/ics/cat/?cat=Assembly-Technology-Catalog&m=&u=si&o=Desktop&p=g257282,g265680,g265681,g308780,p881491&pi=0DBC B9E2-AC13-6026-3D82CF0313291A27_ICS_82
- Bouguer (1729)** *Essai d'optique sur la gradation de la lumière*. Pl. 3. Paris.
- Braig (2015)** *Absorptionsmessungen für großflächige, funktionale Schichten*. Bachelorarbeit, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. Heidelberg.
- Braig (2017)** *Investigation of a transfer printing method and its influence on the electrical properties of organic light-emitting diodes via impedance spectroscopy*. Masterthesis, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. Heidelberg.
- Brumm, Sauer & Dörsam (2019)** Scaling Behavior of Pattern Formation in the Flexographic Ink Splitting Process. *Colloids and Interfaces* 3 (1), 37. <https://doi.org/10.3390/colloids3010037>
- Burns, MacLeod, Trang Do et al. (2017)** Effect of thermal annealing Super Yellow emissive layer on efficiency of OLEDs. *Scientific reports* 7, 40805. <https://doi.org/10.1038/srep40805>
- Canon Deutschland GmbH (2018a)** *Canon EOS 6D - Technische Daten*. Zugriff am 03.05.2018. Verfügbar unter https://www.canon.de/for_home/product_finder/cameras/digital_slr/eos_6d/specification.aspx
- Canon Deutschland GmbH (2018b)** *Canon EOS 70D - Technische Daten*. Zugriff am 03.05.2018. Verfügbar unter https://www.canon.de/for_home/product_finder/cameras/digital_slr/eos_70d/specification.aspx

- Chilwell & Hodgkinson (1984)** Thin-films field-transfer matrix theory of planar multilayer waveguides and reflection from prism-loaded waveguides. *Journal of the Optical Society of America A* 1 (7), 742. <https://doi.org/10.1364/JOSAA.1.000742>
- Cho, Hwang, Eun et al. (2011)** Mechanical flexibility of transparent PEDOT. PSS electrodes prepared by gravure printing for flexible organic solar cells. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 95 (12), 3269–3275. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2011.07.009>
- Cho, Kim, Kim et al. (2018)** Hyperspectral Determination of Fluorescence Wavebands for Multispectral Imaging Detection of Multiple Animal Fecal Species Contaminations on Romaine Lettuce. *Food and Bioprocess Technology* 11 (4), 774–784. <https://doi.org/10.1007/s11947-017-2032-y>
- Chung, Huang, Bradley et al. (2010)** High performance, flexible polymer light-emitting diodes (PLEDs) with gravure contact printed hole injection and light emitting layers. *Organic Electronics* 11 (6), 1088–1095. <https://doi.org/10.1016/j.orgel.2010.03.010>
- Chung, Leem, Bradley et al. (2011)** Flexible multilayer inverted polymer light-emitting diodes with a gravure contact printed Cs[sub 2]CO[sub 3] electron injection layer. *Applied Physics Letters* 98 (10), 103306. <https://doi.org/10.1063/1.3560484>
- Coffin (2015)** *dcraw*. Zugriff am 15.05.2018. Verfügbar unter <https://www.cybercom.net/~dcoffin/dcraw/index.html>
- Cok (1986)**. Eastman Kodak Company (Anmelder), US4642678A Patent.
- Comolli (2012)** *Testing Canon 60D: gain and read noise*. Zugriff am 21.08.2018. Verfügbar unter <http://www.astrosurf.com/comolli/strum39.htm>
- Conrad Electronic SE** *Profilkühlkörper 1.4 K/W (L x B x H) 200 x 159 x 15 mm CTX Thermal Solutions CTX44/200*. Zugriff am 22.03.2018. Verfügbar unter <https://www.conrad.de/de/profilkuehlkoerper-14-kw-l-x-b-x-h-200-x-159-x-15-mm-ctx-thermal-solutions-ctx44200-188051.html>
- Daume, Tekoglu, Leonhard et al. (2014)** *High speed gravure printed Small Molecule OLEDs*. Presented at Material Science and Engineering Congress 2014, Darmstadt.
- Deegan, Bakajin, Dupont et al. (1997)** Capillary flow as the cause of ring stains from dried liquid drops. *Nature* 389 (6653), 827–829. <https://doi.org/10.1038/39827>

- Demtröder (2006)** *Band 2. Elektrizität und Optik* (4., überarb. und erw. Aufl.). Heidelberg: Springer.
- Descartes (1637)** *Illustrations de Discours de la méthode pour bien conduire sa raison et chercher la vérité dans les sciences, plus la Dioptrique, les Météores et la Géométrie qui sont des essais de cette méthode*. Leyde: J. Maire.
- Dias (1991)** Ray tracing interference color. *IEEE Computer Graphics and Applications* 11 (2), 54–60. <https://doi.org/10.1109/38.75591>
- Dias (1994)** Ray tracing interference color: Visualizing Newton's rings. *IEEE Computer Graphics and Applications* 14 (3), 17–20. <https://doi.org/10.1109/38.279038>
- Dierl, Eckhard, Frei et al. (2018)** Novel accuracy test for multispectral imaging systems based on ΔE measurements. *Journal of the European Optical Society-Rapid Publications* 14 (1), 541. <https://doi.org/10.1186/s41476-017-0069-1>
- DigiCamControl (2018)** *CameraController*. Zugriff am 14.05.2018. Verfügbar unter <https://de.mathworks.com/matlabcentral/fileexchange/57196-cameracontroller>
- Doi, Toyoda & Tanimura (1997)** Effects of phase changes on reflection and their wavelength dependence in optical profilometry. *Applied Optics* 36 (28), 7157. <https://doi.org/10.1364/AO.36.007157>
- Eckstein (2016)** *Aerosol Jet Printed Electronic Devices and Systems*. Dissertation, Karlsruher Institut für Technologie. Karlsruhe. <https://doi.org/10.5445/IR/1000065424>
- Eckstein, Rödlmeier, Glaser et al. (2015)** Aerosol-Jet Printed Flexible Organic Photodiodes Semi-Transparent, Color Neutral, and Highly Efficient. *Advanced Electronic Materials* 1 (8), 1500101. <https://doi.org/10.1002/aelm.201500101>
- Eckstein, Strobel, Rödlmeier et al. (2018)** Fully Digitally Printed Image Sensor Based on Organic Photodiodes. *Advanced Optical Materials* 6 (5), 1701108. <https://doi.org/10.1002/adom.201701108>
- Edmund Optics (2018a)** *2" x 2" Positiv, USAF Auflösungstestbild*. Zugriff am 21.08.2018. Verfügbar unter <https://www.edmundoptics.de/p/2-x-2-positive-1951-usaf-resolution-target/4306/>

- Edmund Optics (2018b)** 254 x 356mm, 50R/50T, Strahlteilerplatte. Zugriff am 14.03.2018.
Verfügbar unter <https://www.edmundoptics.de/optics/beamsplitters/plate-beamsplitters/254-x-356mm-50r50t-plate-beamsplitter/#downloads>
- Eggenhuisen, Galagan, Coenen et al. (2015)** Digital fabrication of organic solar cells by Inkjet printing using non-halogenated solvents. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 134, 364–372. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2014.12.014>
- Eisenbeiß, Marotz & Schrade (1999)** Reflection-optical multispectral imaging method for objective determination of burn depth. *Burns* 25 (8), 697–704.
[https://doi.org/10.1016/S0305-4179\(99\)00078-9](https://doi.org/10.1016/S0305-4179(99)00078-9)
- Euler (1788)** *Einleitung in die Analysis des Unendlichen* (Bd. 2). Berlin u.a.
- European Machine Vision Association** (European Machine Vision Association, Hrsg.)
(2016) *EMVA Standard 1288. Standard for Characterization of Image Sensors and Cameras Release 3.1.*
- Evonik Performance Materials GmbH (2018)** PLEXIGLAS® Satinice - optimal lichtstreuend. PLEXIGLAS® Satinice (Satin Ice) Farblos 0D010 DF. Zugriff am 22.03.2018.
Verfügbar unter <https://www.plexiglas-shop.com/FR/de/plexiglas-satinice/optimal-lichtstreuend-8ezhgy9cvks.html>
- Faircloth, Innocenzo & Lang (2008)** 43.3 Slot Die Coating for OLED Displays. *SID Symposium Digest of Technical Papers* 39 (1), 645. <https://doi.org/10.1889/1.3069746>
- Feng, Makino, Oshita et al. (2018)** Hyperspectral imaging and multispectral imaging as the novel techniques for detecting defects in raw and processed meat products. Current state-of-the-art research advances. *Food Control* 84, 165–176.
<https://doi.org/10.1016/j.foodcont.2017.07.013>
- Fujiwara & Kondo (2005)** Real-time monitoring and process control in amorphous/crystalline silicon heterojunction solar cells by spectroscopic ellipsometry and infrared spectroscopy. *Applied Physics Letters* 86 (3), 32112.
<https://doi.org/10.1063/1.1850612>
- Gather (2008)** *Electronic, Optical and Lifetime Aspects of Organic Light-Emitting Diodes.* Dissertation, Universität zu Köln.

- Geffroy, Le Roy & Prat (2006)** Organic light-emitting diode (OLED) technology. Materials, devices and display technologies. *Polymer International* 55 (6), 572–582. <https://doi.org/10.1002/pi.1974>
- Gerling & Cheung (2011)** Image sensor as a three-channel spectrometer with application to in situ monitoring of wet etching. *The Review of scientific instruments* 82 (7), 75103. <https://doi.org/10.1063/1.3606445>
- Getreuer. (2011)** Color demosaicing with contour stencils. In *17th International Conference on Digital Signal Processing (DSP), 2011. 6 - 8 July 2011, Corfu, Greece ; proceedings* (S. 1–6). Piscataway, NJ: IEEE.
- Ghiradella, Aneshansley, Eisner et al. (1972)** Ultraviolet reflection of a male butterfly. Interference color caused by thin-layer elaboration of wing scales. *Science* 178 (4066), 1214–1217. <https://doi.org/10.1126/science.178.4066.1214>
- Ghiradella (1974)** Development of ultraviolet-reflecting butterfly scales. How to make an interference filter. *Journal of Morphology* 142 (4), 395–409. <https://doi.org/10.1002/jmor.1051420404>
- Giroto, Moia, Rand et al. (2011)** High-Performance Organic Solar Cells with Spray-Coated Hole-Transport and Active Layers. *Advanced Functional Materials* 21 (1), 64–72. <https://doi.org/10.1002/adfm.201001562>
- Gorter, Coenen, Slaats et al. (2013)** Toward inkjet printing of small molecule organic light emitting diodes. *Thin Solid Films* 532, 11–15. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2013.01.041>
- Grau, Cen, Kang et al. (2016)** Gravure-printed electronics. Recent progress in tooling development, understanding of printing physics, and realization of printed devices. *Flexible and Printed Electronics* 1 (2), 23002. <https://doi.org/10.1088/2058-8585/1/2/023002>
- Gross, Winnacker & Wellmann (2007)** Electrical, optical and morphological properties of nanoparticle indium–tin–oxide layers. *Thin Solid Films* 515 (24), 8567–8572. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.03.136>
- Gruber, Wollmann, Schumm et al. (2016)** Quality Control of Slot-Die Coated Aluminum Oxide Layers for Battery Applications Using Hyperspectral Imaging. *Journal of Imaging* 2 (2), 12. <https://doi.org/10.3390/jimaging2020012>

- Haq, Toolan, Emerson et al. (2014)** Real time laser interference microscopy for bar-spread polystyrene/poly(methyl methacrylate) blends. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 52 (15), 985–992. <https://doi.org/10.1002/polb.23513>
- Harbecke (1986)** Coherent and incoherent reflection and transmission of multilayer structures. *Applied Physics B Photophysics and Laser Chemistry* 39 (3), 165–170. <https://doi.org/10.1007/BF00697414>
- Hartl, Krupka & Liska (1997)** Differential colorimetry: Tool for evaluation of chromatic interference patterns. *OPTICAL ENGINEERING* 36 (9), 2384–2391.
- Hartl, Krupka, Poliscuk et al. (1997)** Computer-Aided Evaluation of Chromatic Interferograms. In *The Fifth International Conference in Central Europe on Computer Graphics and Visualisation 1997* (1-3, S. 163–172). Pilsen: Union Agency. Zugriff am 12.03.2017. Verfügbar unter http://wscg.zcu.cz/wscg1997/papers97/Hartl_97.pdf
- Heavens (1960)** Optical properties of thin films. *Reports on Progress in Physics* 23 (1), 1–65. <https://doi.org/10.1088/0034-4885/23/1/301>
- Hennig, Selbmann & Brüning (2008)** Large Scale Laser Microstructuring in the Printing Industry. *Laser Technik Journal* 5 (3), 52–56. <https://doi.org/10.1002/latj.200890028>
- Henning, Selbmann, Mattheus et al. (2006)** Laser Precision Micro Fabrication in the Printing Industry. *Journal of Laser Micro/Nanoengineering* 1 (2), 89–98. <https://doi.org/10.2961/jlmn.2006.02.0001>
- Heraeus Deutschland GmbH & Co. KG (2016)** CLEVIOS CLEVIOS™ P VP AI 4083. Zugriff am 26.11.2018. Verfügbar unter https://www.heraeus.com/media/media/group/doc_group/products_1/conductive_polymers_1/p/CLEVIOS_P_VP_AI_4083.pdf
- Hering & Martin (Hrsg.) (2017)** *Optik für Ingenieure und Naturwissenschaftler. Grundlagen und Anwendungen : mit zahlreichen Bildern, Tabellen, Beispielen.* München: Fachbuchverlag Leipzig im Carl Hanser Verlag.
- Hernandez-Sosa, Bornemann, Ringle et al. (2013)** Rheological and Drying Considerations for Uniformly Gravure-Printed Layers. Towards Large-Area Flexible Organic Light-Emitting Diodes. *Advanced Functional Materials* 23 (25), 3164–3171. <https://doi.org/10.1002/adfm.201202862>

- Hernandez-Sosa, Tekoglu, Stolz et al. (2014)** The compromises of printing organic electronics: a case study of gravure-printed light-emitting electrochemical cells. *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)* 26 (20), 3235–3240.
<https://doi.org/10.1002/adma.201305541>
- Hirth (2011)** *Schichtdickenmessung an gedruckten Polymersystemen*. Dissertation, Technische Universität München. München.
- Höfle, Lutz, Egel et al. (2014)** Influence of the Emission Layer Thickness on the Optoelectronic Properties of Solution Processed Organic Light-Emitting Diodes. *ACS Photonics* 1 (10), 968–973. <https://doi.org/10.1021/ph500186m>
- Hrehorova, Rebros, Pekarovicova et al. (2011)** Gravure Printing of Conductive Inks on Glass Substrates for Applications in Printed Electronics. *Journal of Display Technology* 7 (6), 318–324. <https://doi.org/10.1109/JDT.2010.2065214>
- Ikes & Nestler (1998)** Modellierung der spektralen Empfindlichkeit der Aufnahmekanäle für Bildverarbeitungsaufgaben. In V. Rehrmann (Hrsg.), *4. Workshop Farbbildverarbeitung. 17. - 18. September 1998 an der Universität Koblenz-Landau* (Koblenzer Schriften zur Informatik, Bd. 9, S. 9–16). Koblenz: Fölbach. Zugriff am 23.05.2018. Verfügbar unter http://www.zbs-ilmenau.de/pdf/Holz_Farbworkshop_98.pdf
- Ishiguro & Katô (1953)** The Reflection and Transmission of a Multi-layer Film. *Journal of the Physical Society of Japan* 8 (1), 77–81. <https://doi.org/10.1143/JPSJ.8.77>
- ISORG (ISORG, Hrsg.) (2013)** *Applications. Medical and Health Care*. Zugriff am 10.06.2019. Verfügbar unter http://www.isorg.fr/default.asp?cat_id=72
- Istvan & Joergensen (2018)** *digiCamControl*. Zugriff am 14.05.2018. Verfügbar unter <http://digicamcontrol.com/>
- J.A.Woollam Co., Inc. Ellipsometry Solutions (2008)** *Guide to Using WVASE Spectroscopic Ellipsometry Data Acquisition and Analysis Software* (J.A.Woollam Co., Inc. Ellipsometry Solutions, Hrsg.).
- Jähne (2012)** *Digitale Bildverarbeitung*. Berlin, Heidelberg: Springer Berlin Heidelberg.
<https://doi.org/10.1007/978-3-642-04952-1>
- Janesick (2007)** *Photon transfer. DN --> [lambda]* (SPIE Press monograph, PM170). Bellingham, Wash. (1000 20th St. Bellingham WA 98225-6705 USA): SPIE.

- Jaszkowski & Rzeszut (2003)** Interference colours of soap bubbles. *The Visual Computer* 19 (4), 252–270. <https://doi.org/10.1007/s00371-002-0195-6>
- Jiang, Liu, Gu et al. (2013)** What is the space of spectral sensitivity functions for digital color cameras? In *IEEE Workshop on Applications of Computer Vision (WACV), 2013. [17th - 18th January 2013], Clearwater Beach, FL, USA ; [part of the IEEE Winter Vision Meetings 2013 (WVM)], 15 - 17 [i.e. 16 - 18] Jan. 2013* (S. 168–179). Piscataway, NJ: IEEE.
- Jolt Oostra, Blom & Michels (2014)** Prevention of short circuits in solution-processed OLED devices. *Organic Electronics* 15 (6), 1166–1172. <https://doi.org/10.1016/j.orgel.2014.03.008>
- Jung & Rhee (2002)** Simultaneous determination of thickness and optical constants of polymer thin film by analyzing transmittance. *Applied Optics* 41 (19), 3861. <https://doi.org/10.1364/AO.41.003861>
- Jung (2016)** *Aufbau einer Multispektral-Beleuchtung für die Verwendung in der Detektion ultradünner organischer Halbleiterschichten mittels Dünnschichtinterferenz.* Projektpraktikum.
- Kapnopoulos, Mekeridis, Tzounis et al. (2016)** Fully gravure printed organic photovoltaic modules. A straightforward process with a high potential for large scale production. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 144, 724–731. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2015.10.021>
- Kargel, Abrams, Bishop et al. (2005)** Multispectral imaging contributions to global land ice measurements from space. *Remote Sensing of Environment* 99 (1-2), 187–219. <https://doi.org/10.1016/j.rse.2005.07.004>
- Katsidis & Siapkis (2002)** General transfer-matrix method for optical multilayer systems with coherent, partially coherent, and incoherent interference. *Applied Optics* 41 (19), 3978. <https://doi.org/10.1364/AO.41.003978>
- Kim, Lee, Lee et al. (2011)** Bi-Layer Gravure Printed Nanoscale Thick Organic Layers for Organic Light Emitting Diode. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 11 (1), 546–549. <https://doi.org/10.1166/jnn.2011.3163>
- Kimmel (1999)** Demosaicing: Image reconstruction from color CCD samples. *IEEE transactions on image processing : a publication of the IEEE Signal Processing Society* 8 (9), 1221–1228. <https://doi.org/10.1109/83.784434>

- Kintec Company (2018)** *Kintec*. Zugriff am 26.11.2018. Verfügbar unter <http://www.kintec.hk/>
- Kitagawa (2013)** Thin-film thickness profile measurement by three-wavelength interference color analysis. *Applied optics* 52 (10), 1998–2007.
<https://doi.org/10.1364/AO.52.001998>
- Kitagawa (2014)** Surface and thickness profile measurement of a transparent film by three-wavelength vertical scanning interferometry. *Optics letters* 39 (14), 4172–4175.
<https://doi.org/10.1364/OL.39.004172>
- Klammer (2017)** *Methoden zur Qualifizierung von CCD-Zeilencameras als Messgerät für die Farb- und 3D-Messung*. Dissertation, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt. Zugriff am 23.05.2018.
- Köhnen, Gather, Riegel et al. (2007)** Enhanced efficiency of multilayer organic light-emitting diodes with a low-refractive index hole-transport layer. An effect of improved outcoupling? *Applied Physics Letters* 91 (11), 113501. <https://doi.org/10.1063/1.2773930>
- Koidis, Logothetidis, Kapnopoulos et al. (2011)** Substrate treatment and drying conditions effect on the properties of roll-to-roll gravure printed PEDOT:PSS thin films. *Materials Science and Engineering: B* 176 (19), 1556–1561.
<https://doi.org/10.1016/j.mseb.2011.03.007>
- Königsberger (2004)** *Analysis* (Springer-Lehrbuch, 6., durchges. Aufl., [Nachdr.]. Berlin: Springer.
- Kopola, Aernouts, Guillerez et al. (2010)** High efficient plastic solar cells fabricated with a high-throughput gravure printing method. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 94 (10), 1673–1680. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2010.05.027>
- Kopola, Tuomikoski, Suhonen et al. (2009)** Gravure printed organic light emitting diodes for lighting applications. *Thin Solid Films* 517 (19), 5757–5762.
<https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.03.209>
- Kopola, Aernouts, Sliz et al. (2011)** Gravure printed flexible organic photovoltaic modules. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 95 (5), 1344–1347.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2010.12.020>

- Krebs (2009a)** All solution roll-to-roll processed polymer solar cells free from indium-tin-oxide and vacuum coating steps. *Organic Electronics* 10 (5), 761–768.
<https://doi.org/10.1016/j.orgel.2009.03.009>
- Krebs (2009b)** Fabrication and processing of polymer solar cells. A review of printing and coating techniques. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 93 (4), 394–412.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2008.10.004>
- Krebs (2009c)** Polymer solar cell modules prepared using roll-to-roll methods. Knife-over-edge coating, slot-die coating and screen printing. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 93 (4), 465–475. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2008.12.012>
- Krebs, Fyenbo & Jørgensen (2010)** Product integration of compact roll-to-roll processed polymer solar cell modules. Methods and manufacture using flexographic printing, slot-die coating and rotary screen printing. *Journal of Materials Chemistry* 20 (41), 8994.
<https://doi.org/10.1039/c0jm01178a>
- Krebs, Gevorgyan & Alstrup (2009)** A roll-to-roll process to flexible polymer solar cells. Model studies, manufacture and operational stability studies. *Journal of Materials Chemistry* 19 (30), 5442. <https://doi.org/10.1039/b823001c>
- Krebs, Jørgensen, Norrman et al. (2009)** A complete process for production of flexible large area polymer solar cells entirely using screen printing—First public demonstration. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 93 (4), 422–441.
<https://doi.org/10.1016/j.solmat.2008.12.001>
- Lambert (1760)** *Academiae Scientiarvm Electoralis Boicae, Et Societatis Physico-Medicae Basiliensis Membri ... Photometria Sive De Mensura Et Gradibus Luminis, Colorvm Et Vmbrae*. Augustae Vindelicorum: Klett; Detleffsen.
- Lambert & Anding (Hrsg.) (1892)** *Lambert's Photometrie. (Photometria sive de mensura et gradibus luminis, colorum et umbrae)* (Ostwald's Klassiker der exakten Wissenschaften, Bd. 33). Leipzig: Engelmann.
- Lamont, Eggenhuisen, Coenen et al. (2015)** Tuning the viscosity of halogen free bulk heterojunction inks for inkjet printed organic solar cells. *Organic Electronics* 17, 107–114.
<https://doi.org/10.1016/j.orgel.2014.10.052>
- Lanz, Lindh & Edman (2017)** On the asymmetric evolution of the optical properties of a conjugated polymer during electrochemical p- and n-type doping. *J. Mater. Chem. C* 5 (19), 4706–4715. <https://doi.org/10.1039/C7TC01022B>

- Lee (2009)** Nanoscale Thickness and Roughness Control of Gravure Printed Organic Light Emitting Layer with Poly(N-vinyl carbazole) and Ir(ppy)₃. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* 9 (12). <https://doi.org/10.1166/jnn.2009.1780>
- Lee, Kim, Cho et al. (2010)** Characterization of thermal annealing of gravure printed PVK/Ir(ppy)₃ organic light emitting layers. *Current Applied Physics* 10 (4), e143-e146. <https://doi.org/10.1016/j.cap.2010.08.029>
- Litfin (2005)** *Technische Optik in der Praxis (German Edition)*. Dordrecht: Springer.
- Lopez, Sanchez & Estrada. (2008)** Characterization of PEDOT:PSS dilutions for inkjet printing applied to OLED fabrication. In *7th International Caribbean Conference on Devices, Circuits and Systems, 2008. ICCDCS 2008 ; 28 - 30 April 2008, [Cancun], Mexico* (S. 1–4). Piscataway, NJ: IEEE Service Center.
- Louwet, Groenendaal, Dhaen et al. (2003)** PEDOT/PSS. Synthesis, characterization, properties and applications. *Synthetic Metals* 135-136, 115–117. [https://doi.org/10.1016/S0379-6779\(02\)00518-0](https://doi.org/10.1016/S0379-6779(02)00518-0)
- Lumileds Holding B.V. LUXEON Rebel Color Line.** Zugriff am 12.11.2018. Verfügbar unter <https://www.lumileds.com/products/color-leds/luxeon-rebel-color>
- Lupo, Clemens, Ranfeld et al. (2017)** *OE-A Roadmap for organic and Printed Electronics, 7th Edition* (7. Aufl.) (Organic and Printed Electronics Association, Hrsg.).
- Macleod (2010)** *Thin-film optical filters* (Series in optics and optoelectronics, 4. ed.). Boca Raton, Fla.: CRC Press.
- Mahan (1943)** A Mathematical Proof of Stokes' Reversibility Principle. *Journal of the Optical Society of America* 33 (11), 621. <https://doi.org/10.1364/JOSA.33.000621>
- Markl, Braun, Smarsly et al. (2014)** Printing PPEs. Fundamental Structure–Property Relationships. *ACS Macro Letters* 3 (8), 788–790. <https://doi.org/10.1021/mz500340t>
- Maxwell (1865)** A Dynamical Theory of the Electromagnetic Field. *Philosophical Transactions of the Royal Society of London* 155, 459–512.
- MEAN WELL EUROPE B.V. 60W Multiple-Stage Constant Current Mode LED Driver. LCM-60 series.** Zugriff am 12.05.2018. Verfügbar unter <http://www.meanwell.com/productPdf.aspx?i=259>

- Merck KGaA** (Merck KGaA, Hrsg.) (2015) *Livilux - PDY-132 - (Super Yellow)*. *Polymer Yellow*. Technical data sheet. Zugriff am 10.06.2019. Verfügbar unter <https://www.merckgroup.com/content/dam/web/corporate/non-images/business-specifics/performance-materials/Optoelectronics/global/Datasheet-Livilux-PDY-132-Super-Yellow-EN.pdf>
- Merklein, Daume, Braig et al.** (2019) Comparative Study of Printed Multilayer OLED Fabrication through Slot Die Coating, Gravure and Inkjet Printing, and Their Combination. *Colloids and Interfaces* 3 (1), 32. <https://doi.org/10.3390/colloids3010032>
- Meschede** (2008) *Optik, Licht und Laser* (3., durchgesehene Auflage). Wiesbaden: Vieweg+Teubner Verlag / GWV Fachverlage GmbH Wiesbaden. <https://doi.org/10.1007/978-3-8348-9288-1>
- Michels, Winter & Symonds** (2009) Process optimization of gravure printed light-emitting polymer layers by a neural network approach. *Organic Electronics* 10 (8), 1495–1504. <https://doi.org/10.1016/j.orgel.2009.08.015>
- Mielenz** (1960) Simple Calculus for All-Dielectric Interference Filters of the Fabry-Perot Type. *Journal of the Optical Society of America* 50 (10), 1014. <https://doi.org/10.1364/JOSA.50.001014>
- Mitchell, Muftakhidinov & Winchen** (2018) *Engauge Digitizer Software*. Zugriff am 08.11.2018. Verfügbar unter <http://markummittchell.github.io/engauge-digitizer>
- Mitsas & Siapkias** (1995) Generalized matrix method for analysis of coherent and incoherent reflectance and transmittance of multilayer structures with rough surfaces, interfaces, and finite substrates. *Applied optics* 34 (10), 1678–1683. <https://doi.org/10.1364/AO.34.001678>
- Mohanto** (2015) *Solid State Lighting Panel Design and Non-Visual Effect of Light*. Masterthesis, University of eastern Finland. Verfügbar unter http://epublications.uef.fi/pub/urn_nbn_fi_uef-20160021/urn_nbn_fi_uef-20160021.pdf
- Muchmore** (1948) Optimum Band Width for Two Layer Anti-Reflection Films. *Journal of the Optical Society of America* 38 (1), 20. <https://doi.org/10.1364/JOSA.38.000020>
- Murray** (1936) Monochrome reproduction in photoengraving. *Journal of the Franklin Institute* 221 (6), 721–744. [https://doi.org/10.1016/S0016-0032\(36\)90524-0](https://doi.org/10.1016/S0016-0032(36)90524-0)

- Nakajima, Morito, Nakajima et al. (2005)** 30.2 Flexible OLEDs Poster with Gravure Printing Method. *SID Symposium Digest of Technical Papers* 36 (1), 1196.
<https://doi.org/10.1889/1.2036216>
- Ningbo Tianbo Ganglian Electronics Co., Ltd** *Tianbo HJR4102*. Zugriff am 03.05.2018.
Verfügbar unter <http://www.tianbo-relay.com/bigimg/15.pdf>
- Nisato, Lupo & Ganz (2016)** *Organic and printed electronics. Fundamentals and applications*. Singapore: Pan Stanford Publishing.
- Nobelprize.org** (Nobel Media, Hrsg.) **(2014)** *The Nobelprize in Chemistry 2000*. Zugriff am 07.10.2017. Verfügbar unter
https://www.nobelprize.org/nobel_prizes/chemistry/laureates/2000/
- NOVOFLEX Präzisionstechnik GmbH** (NOVOFLEX Präzisionstechnik GmbH, Hrsg.) **(2018)** *Adapter Nikon-Objektive an Canon EOS*. Verfügbar unter
<https://www.novoflex.de/de/produkte/adapter/adapterfinder/adapter-nikon-objektive-an-canon-eos.html?rgerg=38>
- Nowy (2010)** *Understanding losses in OLEDs: optical device simulation and electrical characterization using impedance spectroscopy*, Universität Augsburg. Augsburg.
Verfügbar unter https://opus.bibliothek.uni-augsburg.de/opus4/frontdoor/deliver/index/docId/1522/file/Dissertation_Stefan_Nowy.pdf
- Opto Engineering (2018)** *TC16M144. Telezentrisches Objektiv für 35 mm-Detektoren, Vergrößerung 0.245 x, F-Mount*. Zugriff am 09.03.2018. Verfügbar unter <https://www.opto-e.de/produkte/tz-objektiv-fur-sehr-grosse-detektoren-TC16M144>
- Oschmann (2016)** *Optimierte Prozessführung für gedruckte OLEDs durch Inline-Messung der Schichtbildung*. Masterthesis, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt.
- OSRAM Opto Semiconductors GmbH** *OSLON® SSL 80, GH CS8PM1.24*. Zugriff am 12.11.2018. Verfügbar unter
https://www.osram.com/os/ecat/OSLON%C2%AE%20SSL%2080%20GH%20CS8PM1.24/com/en/class_pim_web_catalog_103489/global/prd_pim_device_2402516/
- Ota, Higashi & Nakauchi. (2015)** Objective assessment and quantification of pearl quality by spectral-spatial features. In *2015 2nd International Conference on Advanced Informatics: Concepts, Theory and Applications (ICAICTA)* (S. 1–6). IEEE.

- Park, Lee, Grossberg et al. (2007)** Multispectral Imaging Using Multiplexed Illumination. In *2007 IEEE 11th International Conference on Computer Vision // IEEE 11th International Conference on Computer Vision, 2007. ICCV 2007 ; 14 - 21 Oct. 2007, Rio de Janeiro, Brazil*. Piscataway, NJ: IEEE Service Center.
- Parthasarathy, Wolf, Hu et al. (1987)** A color vision system for film thickness determination. In *Proceedings. 1987 IEEE International Conference on Robotics and Automation* (S. 515–519). Institute of Electrical and Electronics Engineers.
- Pedrotti (2005)** *Optik für Ingenieure. Grundlagen* (3., bearb. und aktualisierte Aufl.). Berlin: Springer.
- Pettersson, Ghosh & Inganäs (2002)** Optical anisotropy in thin films of poly(3,4-ethylenedioxythiophene)–poly(4-styrenesulfonate). *Organic Electronics* 3 (3-4), 143–148. [https://doi.org/10.1016/S1566-1199\(02\)00051-4](https://doi.org/10.1016/S1566-1199(02)00051-4)
- Pries (2014)** *Topography analysis of printed organic semiconductors from a polymer solution using Imaging color reflectometry*. Masterthesis, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. Heidelberg.
- Profi Star GmbH** (Claudio Pecoraro C/O Profi Star GmbH, Hrsg.) **(2015)** *Wasch Star 2000*. Zugriff am 26.11.2018. Verfügbar unter <https://www.profi-star.de/pdf/description/0015-d.pdf>
- Qin, Chao, Kim et al. (2013)** Hyperspectral and multispectral imaging for evaluating food safety and quality. *Journal of Food Engineering* 118 (2), 157–171. <https://doi.org/10.1016/j.jfoodeng.2013.04.001>
- Raupp, Daume, Tekoglu et al. (2016)** Slot Die Coated and Flexo Printed Highly Efficient SMOLEDs. *Advanced Materials Technologies*, 1600230. <https://doi.org/10.1002/admt.201600230>
- Ropodi, Panagou & Nychas (2018)** Rapid detection of frozen-then-thawed minced beef using multispectral imaging and Fourier transform infrared spectroscopy. *Meat science* 135, 142–147. <https://doi.org/10.1016/j.meatsci.2017.09.016>
- Ryklin (2015)** *Untersuchung der Fluidodynamik im Tiefdruck anhand einfacher Modellsysteme*. Bachelorarbeit, Ruprecht-Karls-Universität Heidelberg. Heidelberg.

- Sandström, Dam, Krebs et al. (2012)** Ambient fabrication of flexible and large-area organic light-emitting devices using slot-die coating. *Nature Communications* 3, 1002. <https://doi.org/10.1038/ncomms2002>
- Sauer, Bornemann & Dörsam. (2011)** Viscous fingering in functional flexo printing an inevitable bug ? In Organic Electronics Association (Hrsg.), *Proceedings Large Area Organic & Printed Electronics Convention. International Conference and Exhibition for the Organic and Printed Electronics Industries* (S. 309–313). Frankfurt, M.: Organic Electronics Association.
- Sauer, Daume & Dörsam (2015)** Lubrication theory of ink hydrodynamics in the flexographic printing nip. *Journal of Print Media Technology Research* 4 (3), 163–172. <https://doi.org/10.14622/JPMTR-1426>
- Schelter, Mielke, Köhnen et al. (2010)** Novel non-conjugated main-chain hole-transporting polymers for organic electronics application. *Macromolecular rapid communications* 31 (17), 1560–1567. <https://doi.org/10.1002/marc.201000125>
- Schottky (1918)** Über spontane Stromschwankungen in verschiedenen Elektrizitätsleitern. *Annalen der Physik und Chemie* 362 (23), 541–567. <https://doi.org/10.1002/andp.19183622304>
- Schottky (1938)** Halbleitertheorie der Sperrschicht. *Die Naturwissenschaften* 26 (52), 843. <https://doi.org/10.1007/BF01774216>
- Schröder & Treiber (2014)** *Technische Optik. Grundlagen und Anwendungen* (Kamprath-Reihe, 11., bearbeitete und aktualisierte Auflage). Würzburg: Vogel Buchverlag.
- Schwaebel, Menning & Bunz (2014)** Photoscopy spectroscopic information from camera snapshots? *Chemical Science* 5 (4), 1422. <https://doi.org/10.1039/c3sc52928b>
- Sendin, Manley & Williams (2018)** Classification of white maize defects with multispectral imaging. *Food chemistry* 243, 311–318. <https://doi.org/10.1016/j.foodchem.2017.09.133>
- Shirota & Kageyama (2007)** Charge carrier transporting molecular materials and their applications in devices. *Chemical reviews* 107 (4), 953–1010. <https://doi.org/10.1021/cr050143>

- Shockley (1949)** The Theory of p-n Junctions in Semiconductors and p-n Junction Transistors. *Bell System Technical Journal* 28 (3), 435–489. <https://doi.org/10.1002/j.1538-7305.1949.tb03645.x>
- Shrestha & Hardeberg. (2013)** LED Matrix Design for Multispectral Imaging. In L. W. MacDonald, S. Westland & S. Wuerger (Hrsg.), *AIC Colour 2013. 12th Congress of the International Colour Association, 8-12 July, 2013, Newcastle upon Tyne, UK : proceedings* (Bd. 4, S. 1317–1320). Great Britain: The Colour Group.
- Shrestha & Hardeberg. (2014a)** Multispectral imaging using LED illumination and an RGB camera. In *Color science and engineering systems, technologies, and applications. Twenty-first Color and Imaging Conference 2013 (CIC21), Albuquerque, New Mexico, USA, 4 - 8 November 2013* (S. 8–13).
- Shrestha & Hardeberg (2014b)** How Are LED Illumination Based Multispectral Imaging Systems Influenced by Different Factors? In D. Hutchison, T. Kanade, J. Kittler & D. Mammass (Eds.), *Image and Signal Processing. 6th International Conference, ICISP 2014, Cherbourg, France, June 30 - July 2, 2014. Proceedings* (Lecture Notes in Computer Science / Image Processing, Computer Vision, Pattern Recognition, and Graphics, v.8509, Bd. 8509, pp. 61–71). Cham: Springer International Publishing. https://doi.org/10.1007/978-3-319-07998-1_8
- Shrestha & Hardeberg. (2015)** An experimental study of fast multispectral imaging using LED illumination and an RGB camera. In *Color science and engineering systems, technologies and applications. 23rd Color and Imaging Conference 2015 (CIC23) : Darmstadt, Germany, 19-23 October 2015* (S. 36–40). Red Hook, NY: Curran Associates, Inc.
- Sigernes, Dyrland, Peters et al. (2009)** The absolute sensitivity of digital colour cameras. *Optics express* 17 (22), 20211–20220. <https://doi.org/10.1364/OE.17.020211>
- Sigernes, Holmes, Dyrland et al. (2008)** Sensitivity calibration of digital colour cameras for auroral imaging. *Optics Express* 16 (20), 15623. <https://doi.org/10.1364/OE.16.015623>
- Slawinski (2014)** *OLED-Technologie für OLED-Technologie für hocheffiziente Beleuchtungsanwendungen*. Dissertation, RWTH Aachen. Aachen. Zugriff am 07.11.2017. Verfügbar unter <http://publications.rwth-aachen.de/record/445006/files/5159.pdf>
- Smarsly, Daume, Braig et al. (2018)** Poly(para -phenyleneethynylene)s as emitters in polymer LEDs. *Journal of Materials Chemistry C* 100, 1605. <https://doi.org/10.1039/C8TC03848A>

- Smarsly, Daume, Tone et al. (2018)** Printing Poly(p-phenyleneethynylene)-PLEDs. *ACS applied materials & interfaces*. <https://doi.org/10.1021/acsami.8b18827>
- Søndergaard, Hösel, Angmo et al. (2012)** Roll-to-roll fabrication of polymer solar cells. *Materials Today* 15 (1-2), 36–49. [https://doi.org/10.1016/S1369-7021\(12\)70019-6](https://doi.org/10.1016/S1369-7021(12)70019-6)
- Søndergaard, Hösel & Krebs (2013)** Roll-to-Roll fabrication of large area functional organic materials. *Journal of Polymer Science Part B: Polymer Physics* 51 (1), 16–34. <https://doi.org/10.1002/polb.23192>
- Souk, Morozumi, Luo et al. (2018)** *Flat Panel Display Manufacturing* (Wiley Series in Display Technology Ser). Newark: John Wiley & Sons Incorporated.
- Spiehl, Haming, Sauer et al. (2015)** Engineering of Flexo- and Gravure-Printed Indium–Zinc-Oxide Semiconductor Layers for High-Performance Thin-Film Transistors. *IEEE Transactions on Electron Devices* 62 (9), 2871–2877. <https://doi.org/10.1109/TED.2015.2449665>
- Stahl (2013)** *Einfluss der Druckform und der Fluidviskosität auf die Schichtdicke von im Tiefdruck hergestellten Funktionsschichten und deren Charakterisierung*. Dissertation, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt. Verfügbar unter <http://tuprints.ulb-tu-darmstadt.de/3529/>
- Stamm (2017)** *Modellbildung zur Schichtdickenmessung an dünnen gedruckten Filmen*. Masterthesis, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt.
- Stamm, Daume, Hartwig et al. (2019)** Dynamic interferometric imaging of the thickness distribution of evaporating thin liquid films. *Journal of Coatings Technology and Research* 2, 1600230. <https://doi.org/10.1007/s11998-019-00236-z>
- Standardization Division, Armed Forces Supply Support Center (1959)** *Military standard photographic lenses* (MIL-STD-150A, 12 May, 1959). Washington: U.S. G.P.O.
- STEMMER IMAGING AG (2018)** *Farbkameras*. Verfügbar unter <https://www.stemmer-imaging.com/de-de/grundlagen/farbkameras/>
- Stillwagon & Larson (1988)** Fundamentals of topographic substrate leveling. *Journal of Applied Physics* 63 (11), 5251. <https://doi.org/10.1063/1.340388>
- Stillwagon & Larson (1990)** Leveling of thin films over uneven substrates during spin coating. *Physics of Fluids A: Fluid Dynamics* 2 (11), 1937. <https://doi.org/10.1063/1.857669>

- Strobel, Eckstein, Lehr et al. (2017)** Semiconductor Insulator Blends for Speed Enhancement in Organic Photodiodes. *Advanced Electronic Materials* 428, 1700345. <https://doi.org/10.1002/aelm.201700345>
- Sumner (2014)** *Processing RAW Images in MATLAB*. Zugriff am 15.05.2018. Verfügbar unter https://rcsumner.net/raw_guide/RAWguide.pdf
- Synowicki (1998)** Spectroscopic ellipsometry characterization of indium tin oxide film microstructure and optical constants. *Thin Solid Films* 313-314, 394–397. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(97\)00853-5](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(97)00853-5)
- Tang & VanSlyke (1987)** Organic electroluminescent diodes. *Applied Physics Letters* 51 (12), 913. <https://doi.org/10.1063/1.98799>
- Tanksale & Urban (2016)** Trichromatic Reflectance Capture Using a Tunable Light Source. Setup, Characterization and Reflectance Estimation. *Electronic Imaging 2016* (9), 1–7. <https://doi.org/10.2352/ISSN.2470-1173.2016.9.MMRMA-355>
- Technische Universität Darmstadt (2012)** *PrintOLED - Effiziente gedruckte Multi-Schicht OLEDs. Abschlussbericht der TU Darmstadt zum Teilvorhaben PrintOLED - Verbundprojekt im Spitzencluster "Forum Organic Electronics" (DaVinci) der Metropolregion Rhein-Neckar im Rahmen des Spitzencluster-Wettbewerbs des Bundesministeriums für Bildung und Forschung (BMBF) - Förderkennzeichen 13N10760*. Verfügbar unter https://www.tib.eu/en/search/download/?tx_tibsearch_search%5Bdocid%5D=TIBKAT%3A755872436&cHash=9b176c219ed5e7981eaa703aa00e2457
<https://doi.org/10.2314/GBV:755872436>
- Tekoglu, Daume, Leonhard et al. (2014a)** *Ink Formulation for Gravure Printed Organic Light Emitting Devices*. Presented at the International Workshop on Flexible Bio- and Organic Printed Electronics, Konya, Turkey. Zugriff am 13.12.2016. Verfügbar unter http://media.wix.com/ugd/c202e6_40b011b05c664f0c98ea29ccef26f0de.pdf
- Tekoglu, Daume, Leonhard et al. (2014b)** *Ink Formulation for Gravure Printed Organic Light-Emitting Devices*. Presented at ICEL-10, Köln.
- Tekoglu, Hernandez-Sosa, Kluge et al. (2013)** Gravure printed flexible small-molecule organic light emitting diodes. *Organic Electronics* 14 (12), 3493–3499. <https://doi.org/10.1016/j.orgel.2013.09.027>

- Thiburce & Campbell (2017)** Low-Voltage Polyelectrolyte-Gated Polymer Field-Effect Transistors Gravure Printed at High Speed on Flexible Plastic Substrates. *Advanced Electronic Materials* 3 (2), 1600421. <https://doi.org/10.1002/aelm.201600421>
- Thorlabs (2018)** NDUV30A - SM1-Threaded Mount, Ø25 mm UVFS Reflective ND Filter, OD: 3.0. Zugriff am 12.11.2018. Verfügbar unter <https://www.thorlabs.com/thorproduct.cfm?partnumber=NDUV30A>
- Toolan (2015)** Straightforward technique for in situ imaging of spin-coated thin films. *Optical Engineering* 54 (2), 24109. <https://doi.org/10.1117/1.OE.54.2.024109>
- Toolan & Howse (2013)** Development of in situ studies of spin coated polymer films. *J. Mater. Chem. C* 1 (4), 603–616. <https://doi.org/10.1039/C2TC00026A>
- Toyota & Nakauchi (2013)** Optical measurement of interference color of pearls and its relation to subjective quality. *Optical Review* 20 (1), 50–58. <https://doi.org/10.1007/s10043-013-0009-2>
- Tsujimura (2017)** *OLED display fundamentals and applications* (Wiley series in display technology, Second edition). Hoboken, New Jersey: John Wiley & Sons Inc.
- Vak, van Embden, Wong et al. (2015)** Optically monitored spray coating system for the controlled deposition of the photoactive layer in organic solar cells. *Applied Physics Letters* 106 (3), 33302. <https://doi.org/10.1063/1.4906454>
- Vak, Weerasinghe, Ramamurthy et al. (2016)** Reverse gravure coating for roll-to-roll production of organic photovoltaics. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 149, 154–161. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2016.01.015>
- Valeur (2002)** *Molecular Fluorescence* (1st ed.). Weinheim: Wiley-VCH. <https://doi.org/10.1002/3527600248>
- Valeur (2009)** Molecular Fluorescence. In D. L. Andrews (Ed.), *Encyclopedia of applied spectroscopy* (pp. 477–528). Weinheim: Wiley-VCH.
- Valeur & Berberan-Santos (2012)** *Molecular fluorescence. Principles and applications* (2. ed.). Weinheim: Wiley-VCH.
- Voigt, Mackenzie, King et al. (2012)** Gravure printing inverted organic solar cells. The influence of ink properties on film quality and device performance. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 105, 77–85. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2012.04.025>

- Voigt, Mackenzie, Yau et al. (2011)** Gravure printing for three subsequent solar cell layers of inverted structures on flexible substrates. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 95 (2), 731–734. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2010.10.013>
- Wegener, Spiehl, Sauer et al. (2016)** Flexographic printing of nanoparticulate tin-doped indium oxide inks on PET foils and glass substrates. *Journal of Materials Science* 51 (9), 4588–4600. <https://doi.org/10.1007/s10853-016-9772-3>
- Weinstein (1947)** The Reflectivity and Transmissivity of Multiple Thin Coatings. *Journal of the Optical Society of America* 37 (7), 576. <https://doi.org/10.1364/JOSA.37.000576>
- Wessendorf (2002)** Wie kommt das Näpfchen in den Tiefdruckzylinder? Grundsätzliches zu Aufgabe und Handhabung eines Graviersystems und dessen Elemente. *Flexo + Tief-Druck* 13 (1), 4–8.
- Wierzchowiec & Miskiewicz (2013)**. Merck Patent GmbH (Anmelder), US9954173B2 Patent.
- Willmann (2013)** *Innovationen in der druckbaren Elektronik. Von der Idee zur Produktion ; eine technische und wirtschaftliche Analyse*. Dissertation, Technische Universität Darmstadt. Darmstadt. Verfügbar unter http://tuprints.ulb.tu-darmstadt.de/3644/1/Willmann_Dissertation.pdf
- Willmann, Stocker & Dörsam (2014)** Characteristics and evaluation criteria of substrate-based manufacturing. Is roll-to-roll the best solution for printed electronics? *Organic Electronics* 15 (7), 1631–1640. <https://doi.org/10.1016/j.orgel.2014.04.022>
- Winter (1953)** THE OPTICAL RESEARCHES OF IBN AL-HAITHAM. *Centaurus* 3 (1), 190–210. <https://doi.org/10.1111/j.1600-0498.1953.tb00529.x>
- Xing, Wang, Zhang et al. (2017)** Inkjet printed polystyrene sulfuric acid-doped poly(3,4-ethylenedioxythiophene) (PEDOT) uniform thickness films in confined grooves through decreasing the surface tension of PEDOT inks. *RSC Advances* 7 (13), 7725–7733. <https://doi.org/10.1039/C6RA27475G>
- Yang & Messinger (2018)** Bloodstain detection and discrimination impacted by spectral shift when using an interference filter-based visible and near-infrared multispectral crime scene imaging system. *Optical Engineering* 57 (03), 1. <https://doi.org/10.1117/1.OE.57.3.033101>

- Yang, Vak, Clark et al. (2013)** Organic photovoltaic modules fabricated by an industrial gravure printing proofer. *Solar Energy Materials and Solar Cells* 109, 47–55. <https://doi.org/10.1016/j.solmat.2012.10.018>
- Yang, Müller, Neher et al. (2006)** Highly Efficient Polymeric Electrophosphorescent Diodes. *Advanced Materials* 18 (7), 948–954. <https://doi.org/10.1002/adma.200501867>
- Yang & Abelson (1995)** Spectroscopic ellipsometry of thin films on transparent substrates. A formalism for data interpretation. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films* 13 (3), 1145–1149. <https://doi.org/10.1116/1.579601>
- Zacharias, Gather, Rojahn et al. (2007)** New crosslinkable hole conductors for blue-phosphorescent organic light-emitting diodes. *Angewandte Chemie (International ed. in English)* 46 (23), 4388–4392. <https://doi.org/10.1002/anie.200605055>
- Zapata, López-López, Amigo et al. (2018)** Multi-spectral imaging for the estimation of shooting distances. *Forensic science international* 282, 80–85. <https://doi.org/10.1016/j.forsciint.2017.11.025>
- Zhao, Kawakami, Tan et al. (2009)** Estimating basis functions for spectral sensitivity of digital cameras. In *Meeting on Image Recognition and Understanding* (Bd. 1).

8. Eigene Veröffentlichungen und betreute studentische Arbeiten

Artikel in Fachzeitschriften

Stamm, Jacqueline; Daume, Dominik; Hartwig, Tobias; Oschmann, Maximilian; Schäfer, Julian; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar: *Dynamic interferometric imaging of the thickness distribution of evaporating thin liquid films*. In: Coatings Technology and Research. DOI: 10.1007/s11998-019-00236-z

Merklein, Lisa; Daume, Dominik; Braig, Felix; Schlisske, Stefan; Rödlmeier, Tobias; Mink, Marvin; Kourkoulos, Dimitrios; Ulber, Benjamin; Di Biase, Manuela; Meerholz, Klaus; Hernandez-Sosa, Gerardo; Lemmer, Uli; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar; Scharfer, Philip; Schabel, Wilhelm: *Comparative Study of Printed Multilayer OLED Fabrication through Slot Die Coating, Gravure and Inkjet Printing, and their Combination*. In: Colloids Interfaces. DOI: 10.3390/colloids3010032 (2019)

Smarsly, Emanuel; Daume, Dominik; Tone, Robert; Veith, Lisa; Curticean, Ernest Ronald; Wacker, Irene; Schröder, Rasmus R; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar; Bunz, Uwe Heiko Franz: *Printing Poly(p-phenyleneethynylene)-PLEDs*. In: ACS Applied Materials & Interfaces. DOI: 10.1021/acsami.8b18827 (2018)

Smarsly, Emanuel; Daume, Dominik; Braig, Felix; Koser, Silke; Dörsam, Edgar; Bunz, Uwe H. F.: *Poly(para-phenyleneethynylene)s as emitters in polymer LEDs*. In: Journal of Materials Chemistry C, 6 (41) pp. 11002-11006. DOI: 10.1039/C8TC03848A (2018)

Raupp, Sebastian; Daume, Dominik; Tekoglu, Serpil; Merklein, Lisa; Lemmer, Uli; Hernandez-Sosa, Gerardo; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar; Scharfer, Philip; Schabel, Wilhelm: *Slot Die Coated and Flexo Printed Highly Efficient SMOLEDs*. DOI: 10.1002/admt.201600230 In: Advanced Materials Technologies, 2 (2) ISSN 2365-709X, (2017)

Sauer, Hans Martin; Daume, Dominik; Dörsam, Edgar: *Lubrication theory of ink hydrodynamics in the flexographic printing nip*. In: Journal of Print and Media Technology 4 (3), DOI: 10.14622/JPMTR-1426, pp. 163-172, (2015)

Konferenz- und Tagungsbeiträge

Stamm, Jacqueline; Oschmann, Maximilian; Daume, Dominik; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar: *Modelling for coat thickness measurements of thin printed films*. In: 19th International Coating Science and Technology Symposium, Los Angeles, USA. (2018)

Daume, Dominik; Thieme, Robert; Dörsam, Edgar: *Thickness measurement on the example of printed OLED layers*. In: LOPEC, Munich, Germany. (2016)

Daume, Dominik; Tekoglu, Serpil; Leonhard, Christoph; Kluge, Edgar; Hernandez-Sosa, Gerardo; Mechau, Norman; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar: *High speed gravure printed Small Molecule OLEDs*. In: Material Science and Engineering Congress 2014, Darmstadt, Germany. (2014)

Tekoglu, Serpil; Daume, Dominik; Leonhard, Christoph; Kluge, Edgar; Dörsam, Edgar; Lemmer, Uli; Mechau, Norman; Hernandez-Sosa, Gerardo: *Ink Formulation for Gravure Printed Organic Light-Emitting Devices*. In: ICEL-10, Köln, Germany. (2014)

Thieme, Robert; Lawrenz, Nils; Daume, Dominik; Sauer, Hans Martin; Dörsam, Edgar: *Prüfbau FT150 Stage 2 Printing Press*. In: Clusterkonferenz Forum Organic Electronics, Heidelberg, Germany. (2013)

Patente

Dörsam, Edgar; Bornemann, Nils; Urban, Philipp; Sauer, Hans Martin; Neuroth, Peter; Tone, Robert; Daume, Dominik; Thieme, Robert: *Method for ascertaining a layer thickness*, Technische Universität Darmstadt, Veröffentlichungsnummer: WO2015/007804A1, 2015

Betreute Abschlussarbeiten

Stamm, Jacqueline: *Modellbildung zur Schichtdickenmessung an dünnen gedruckten Filmen.*, Masterthesis, Technische Universität Darmstadt, 2017

Braig Felix: *Investigation of a transfer printing method and its influence on the electrical properties of organic light-emitting diodes via impedance spectroscopy*. Masterthesis, Universität Heidelberg / Technische Universität Darmstadt, 2017

Wille, Felicitas: *Konzepte zur Fertigung flächiger OLEDs als Leuchtelemente für einen Automobilzulieferbetrieb*. Masterthesis, Technische Universität Darmstadt, 2017

Oschmann, Maximilian: *Optimierte Prozessführung für gedruckte OLEDs durch Inline-Messung der Schichtbildung*. Masterthesis, Technische Universität Darmstadt, 2016

Bott, Andreas: *Herstellung kleiner Strukturen im Tiefdruck für die Verwendung in gedruckten Transistoren*. Bachelorthesis, Technische Universität Darmstadt, 2016

Bodenstein, Christina: *Einfluss photonischen Sinterns auf die Leitfähigkeit von im Inkjet gedruckten Strukturen für die Anwendung in der gedruckten Elektronik*. Masterthesis, Hochschule der Medien Stuttgart / Technische Universität Darmstadt, 2015

Ryklin, Daniel: *Untersuchung der Fluidodynamik im Tiefdruck anhand einfacher Modellsysteme*. Bachelorthesis, Universität Heidelberg / Technische Universität Darmstadt, 2015

Braig, Felix: *Absorptionsmessungen für großflächige, funktionale Schichten*. Bachelorthesis, Universität Heidelberg / Technische Universität Darmstadt, 2015

Pries, Andre: *Topography analysis of printed organic semiconductors from a polymer solution using Imaging Colour Reflectometry*. Masterthesis, Universität Heidelberg / Technische Universität Darmstadt, 2014

Betreute Forschungspraktika

Kallo, Eduard: *Gedruckte OLEDs - Druckverfahren & Materialsysteme*. Forschungsseminar, Technische Universität Darmstadt, 2016

Jung, Sascha: *Aufbau einer Multispektral-Beleuchtung für die Verwendung in der Detektion ultradünner organischer Halbleiterschichten mittels Dünnschichtinterferenz*. Projektpraktikum, Universität Heidelberg / Technische Universität Darmstadt, 2016

A. Anhang

A.1 Linearität des CMOS-Sensors

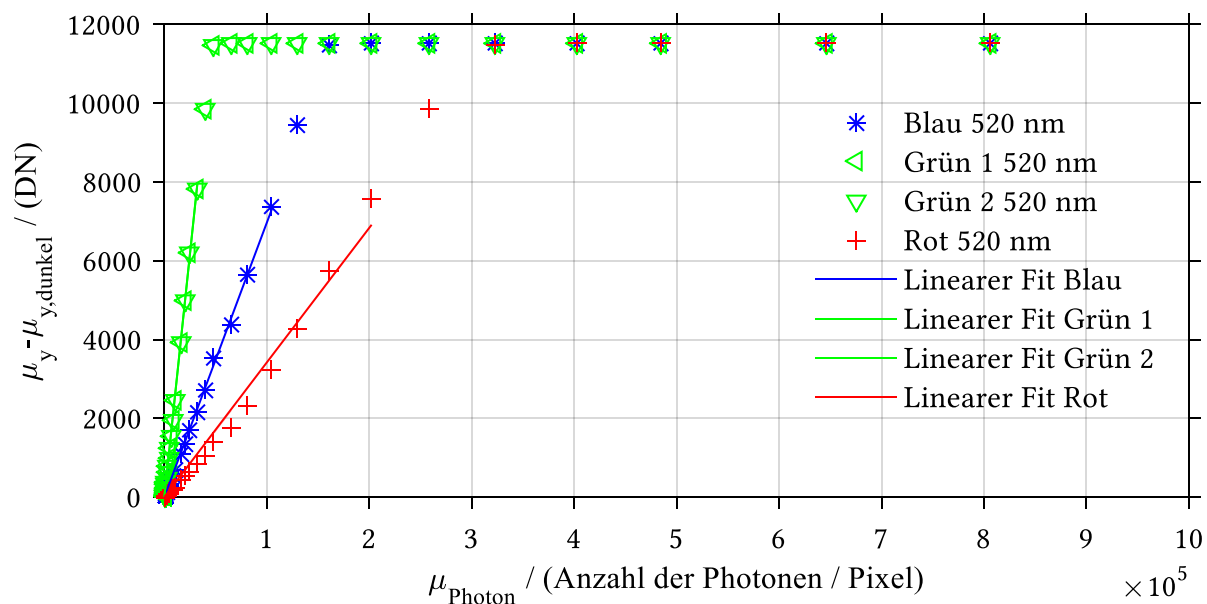


Abbildung A 1: Linearität des CMOS-Sensors der Canon EOS 70D bei Beleuchtung mit 520 nm

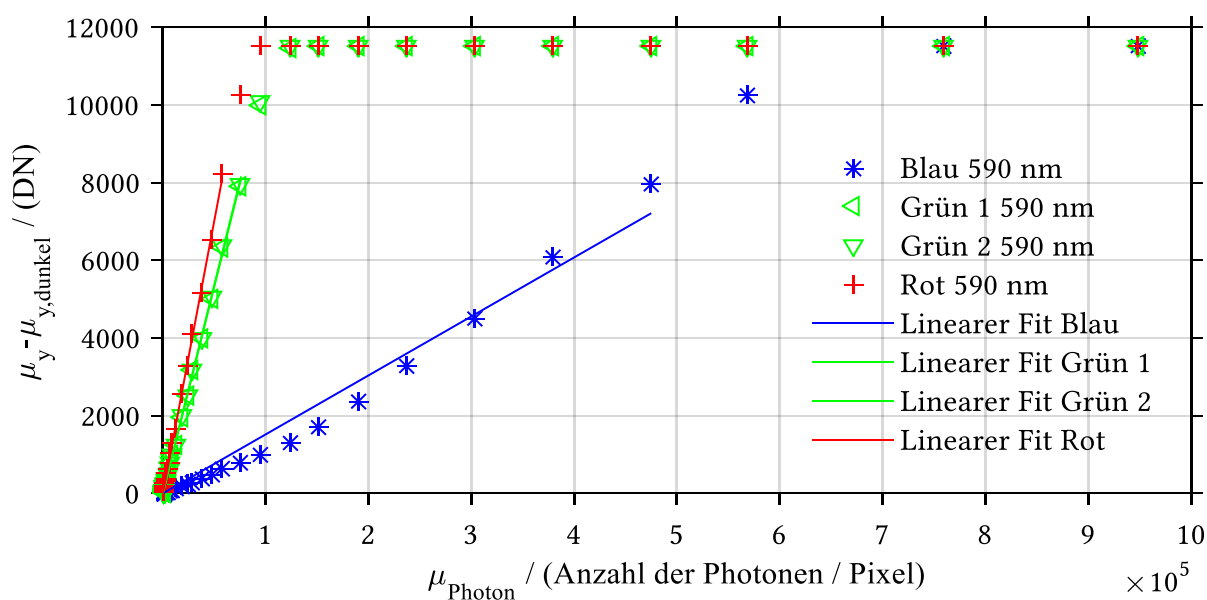


Abbildung A 2: Linearität des CMOS-Sensors der Canon EOS 70D bei Beleuchtung mit 590 nm

Tabelle A 1: Übersicht über die für die Linearitätstests verwendeten Wellenlängen des Monochromators und der daraus berechneten Responsivität. In der rechten Spalte ist die Fitgüte angegeben.

Kamerafarbkanal	Wellenlänge Monochromator / (<i>nm</i>)	Responsivität R / (<i>DN</i>)	R ² / (%)
Blau	450	0,2209	0,9991
Grün 1	450	0,0436	0,9994
Grün 2	450	0,0426	0,9992
Rot	450	0,0043	0,9734
Blau	520	0,0696	0,9994
Grün 1	520	0,2468	0,9992
Grün 2	520	0,2466	0,9992
Rot	520	0,0342	0,9866
Blau	590	0,0152	0,9816
Grün 1	590	0,1065	0,9990
Grün 2	590	0,1073	0,9990
Rot	590	0,1404	0,9990

A.2 Fehler der Linearität bei Beleuchtung mit 520 nm und 590 nm

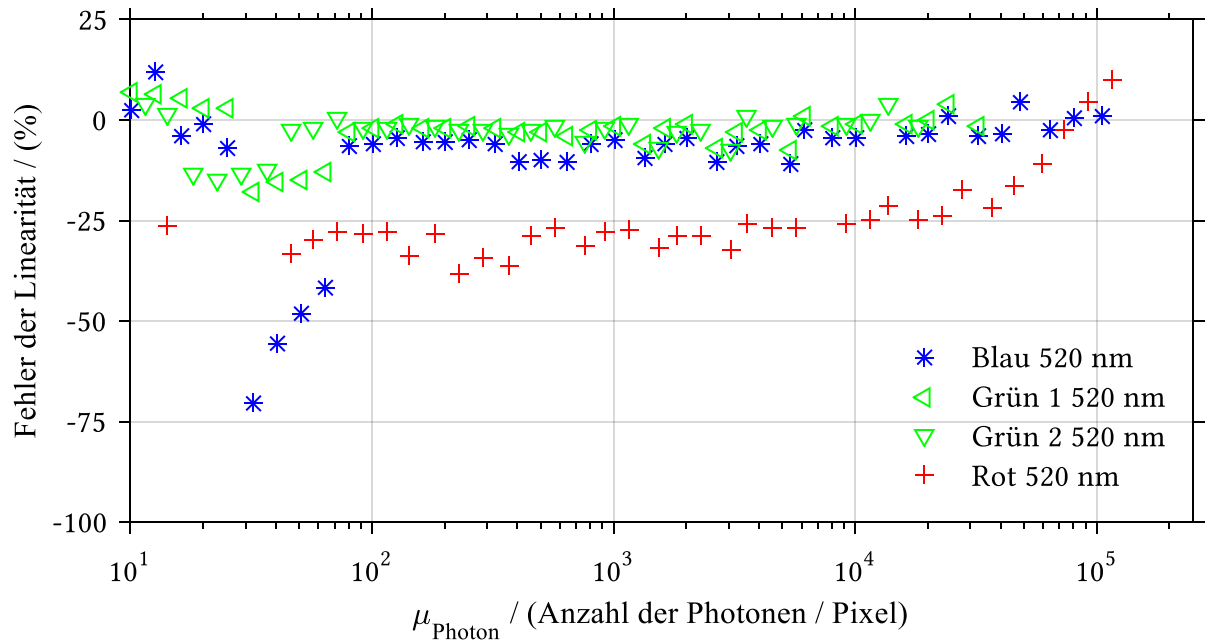


Abbildung A 3: Fehler der Linearität bei Beleuchtung mit 520 nm Wellenlänge. Es ist ähnliches zu sehen, wie in Abbildung 43. In einem großen Bereich von 10^2 - 10^5 Photonen / Pixel ist die Linearität in den beiden Kanälen mit der größten Systemempfindlichkeit am geringsten.

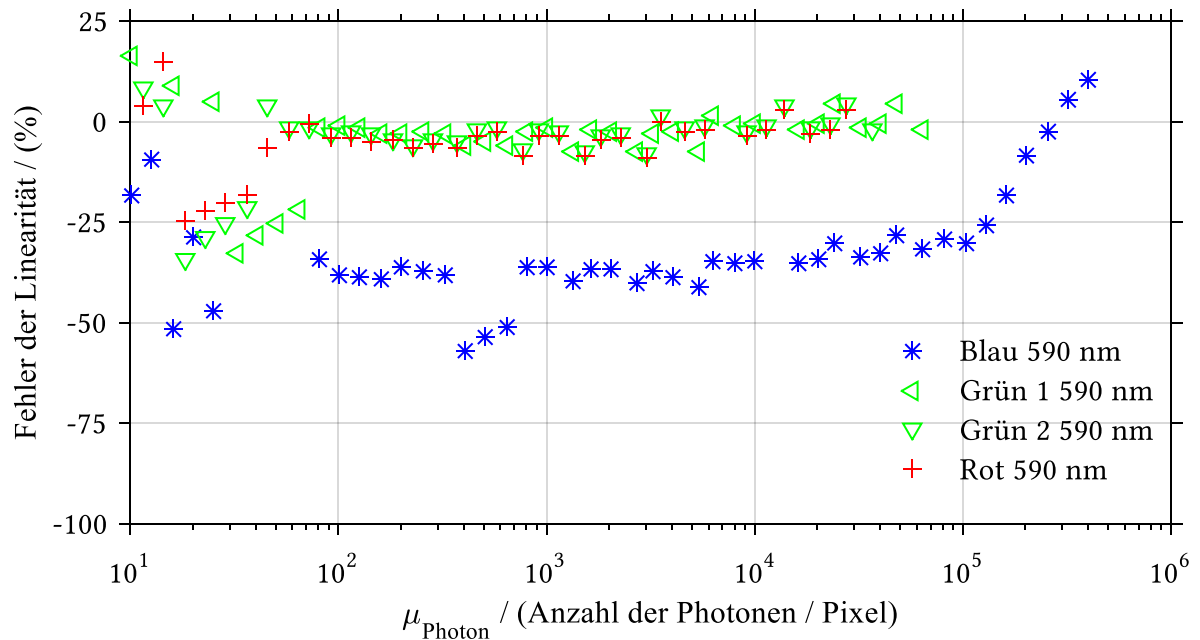


Abbildung A 4: Fehler der Linearität bei Beleuchtung mit 590 nm Wellenlänge. Es ist ähnliches zu sehen, wie in Abbildung 43 und Abbildung A 3. In einem großen Bereich von 10^2 - 10^5 Photonen / Pixel ist die Linearität in den beiden Kanälen mit der größten Systemempfindlichkeit am geringsten.

A.3 Dunkelsignal

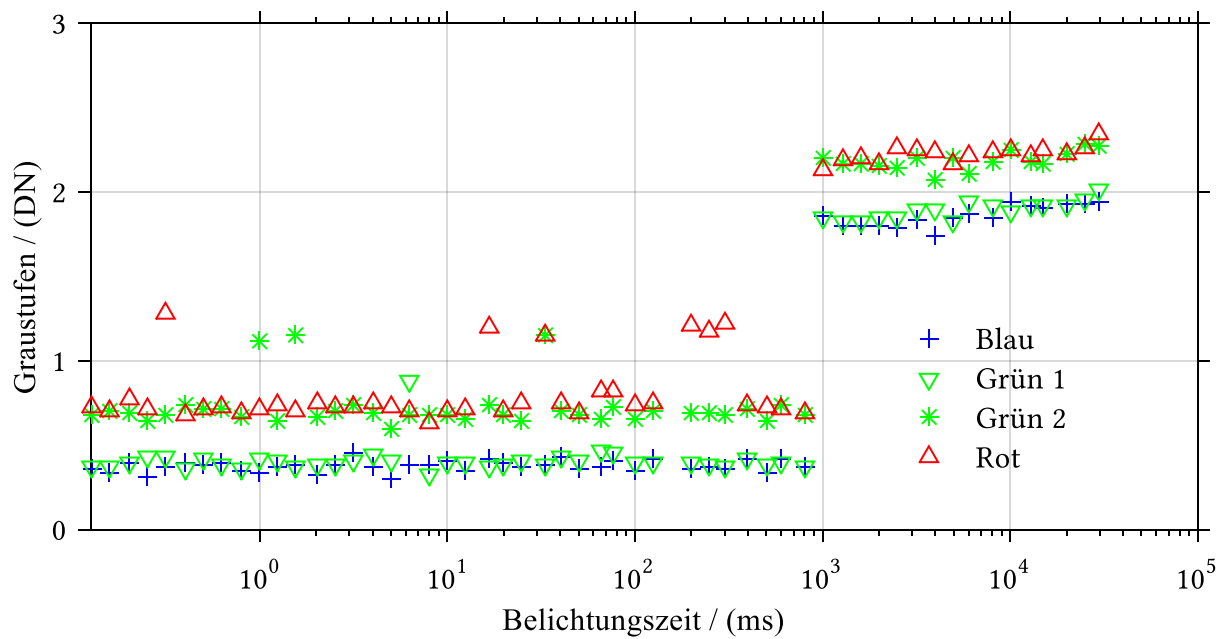


Abbildung A 5: Mittleres Dunkelsignal aufgetragen gegen die Belichtungszeit. Auffällig ist der Sprung bei 1 s Belichtungszeit. Dieser ist für alle Kamerafarbkanäle gleich und ist eine kamerainterne Korrektur.

A.4 Auflösung der Sensoren

Alle, der auf den nächsten Seiten gezeigten Messdaten (Abbildung A 6 - Abbildung A 8) sind mit einem Auflösungschart nach USAF-Standard (Edmund Optics, 2018a; Standardization Division, Armed Forces Supply Support Center, 1959) aufgenommen. Die Messungen erfolgten analog zu jenen in Kapitel 1.1.1. Eine Zusammenfassung der aus den Messdaten generierten Auflösungsvermögen sind in Tabelle A 2 dargestellt.

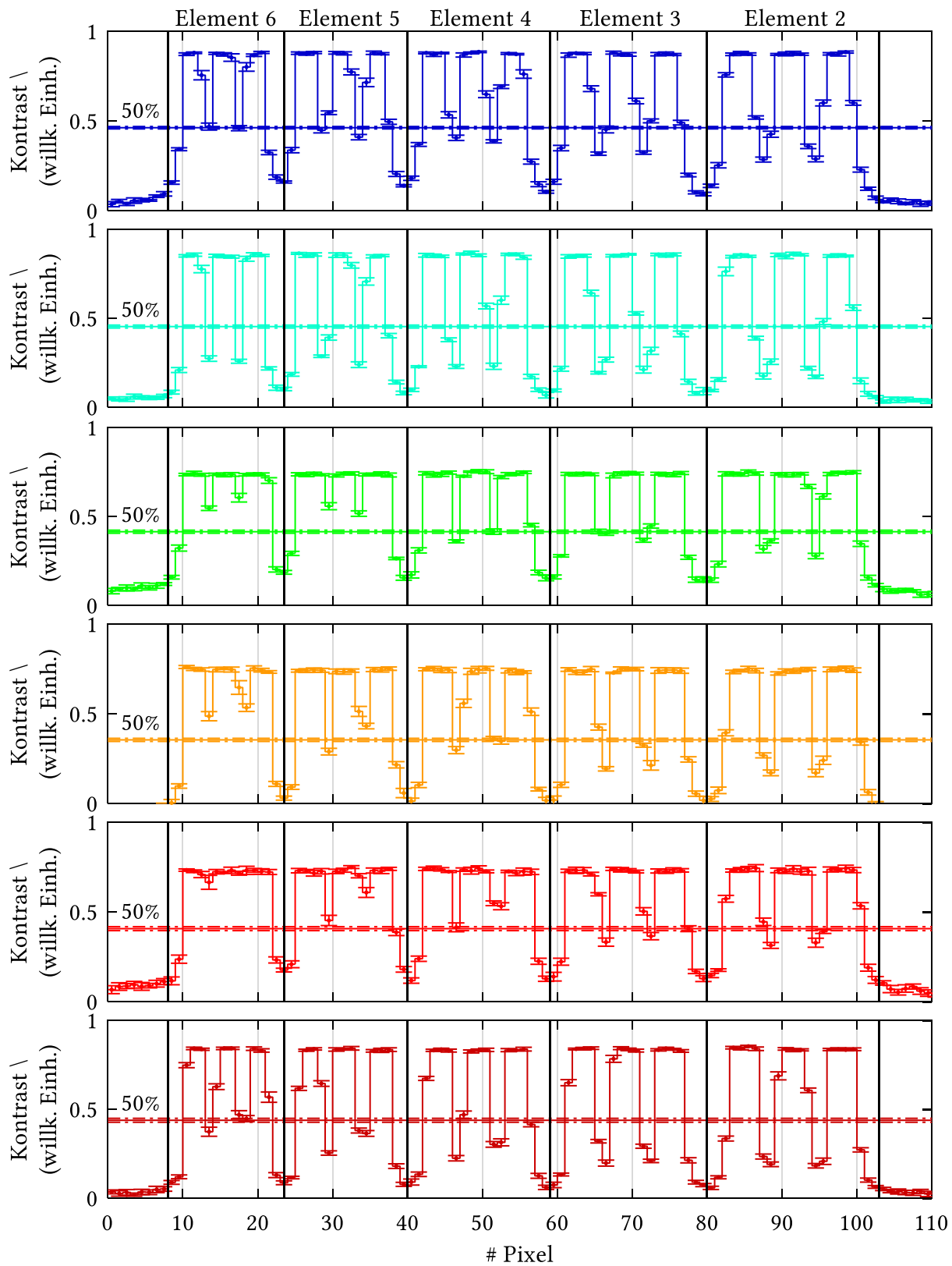


Abbildung A 6: EOS 70D Auflösungstest. Zu sehen ist die Gruppe 2 Element 6.

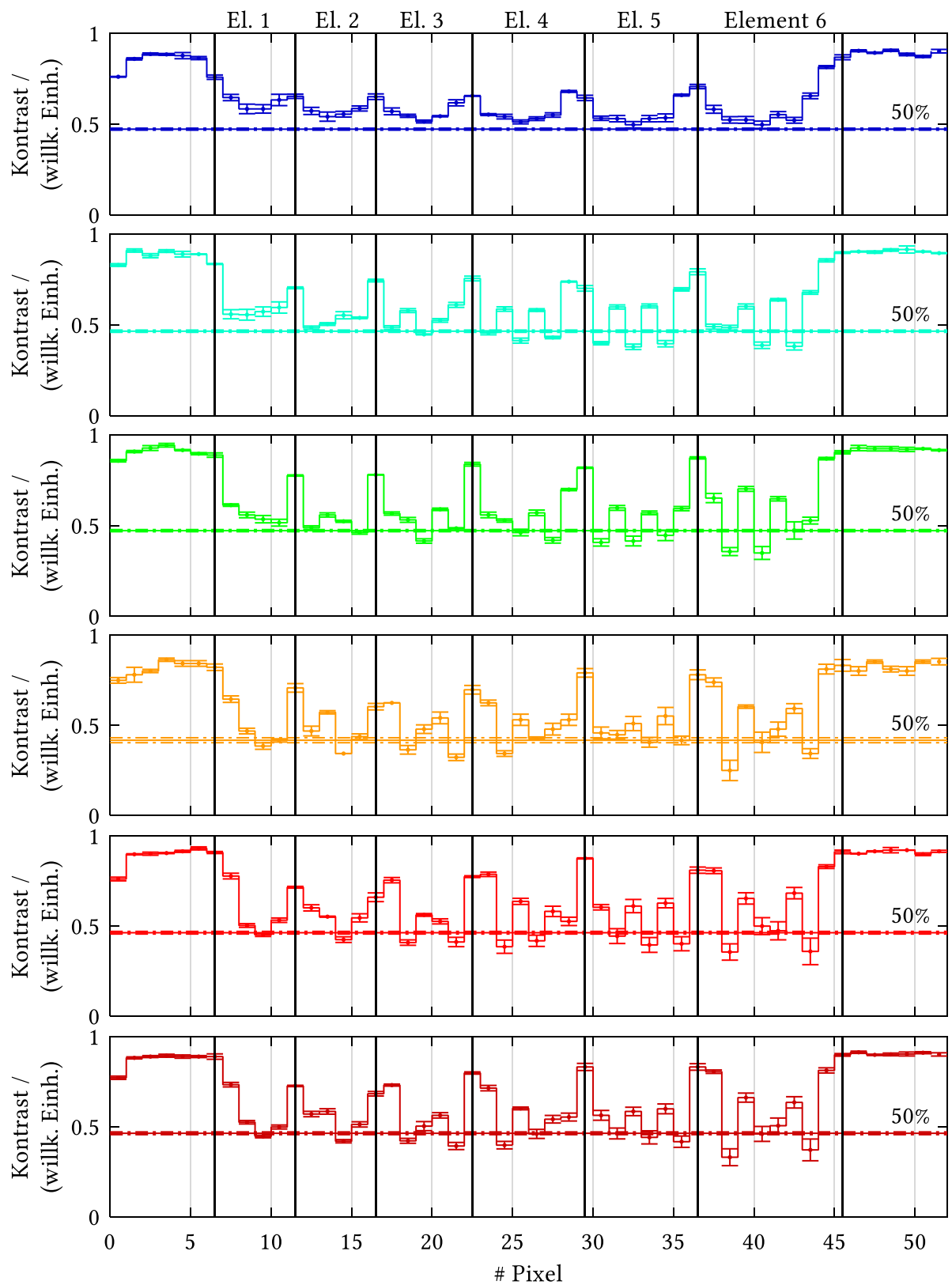


Abbildung A 7: EOS 6D Auflösungstest Transmission. Zu sehen ist die Gruppe 3, Elemente 1-6.

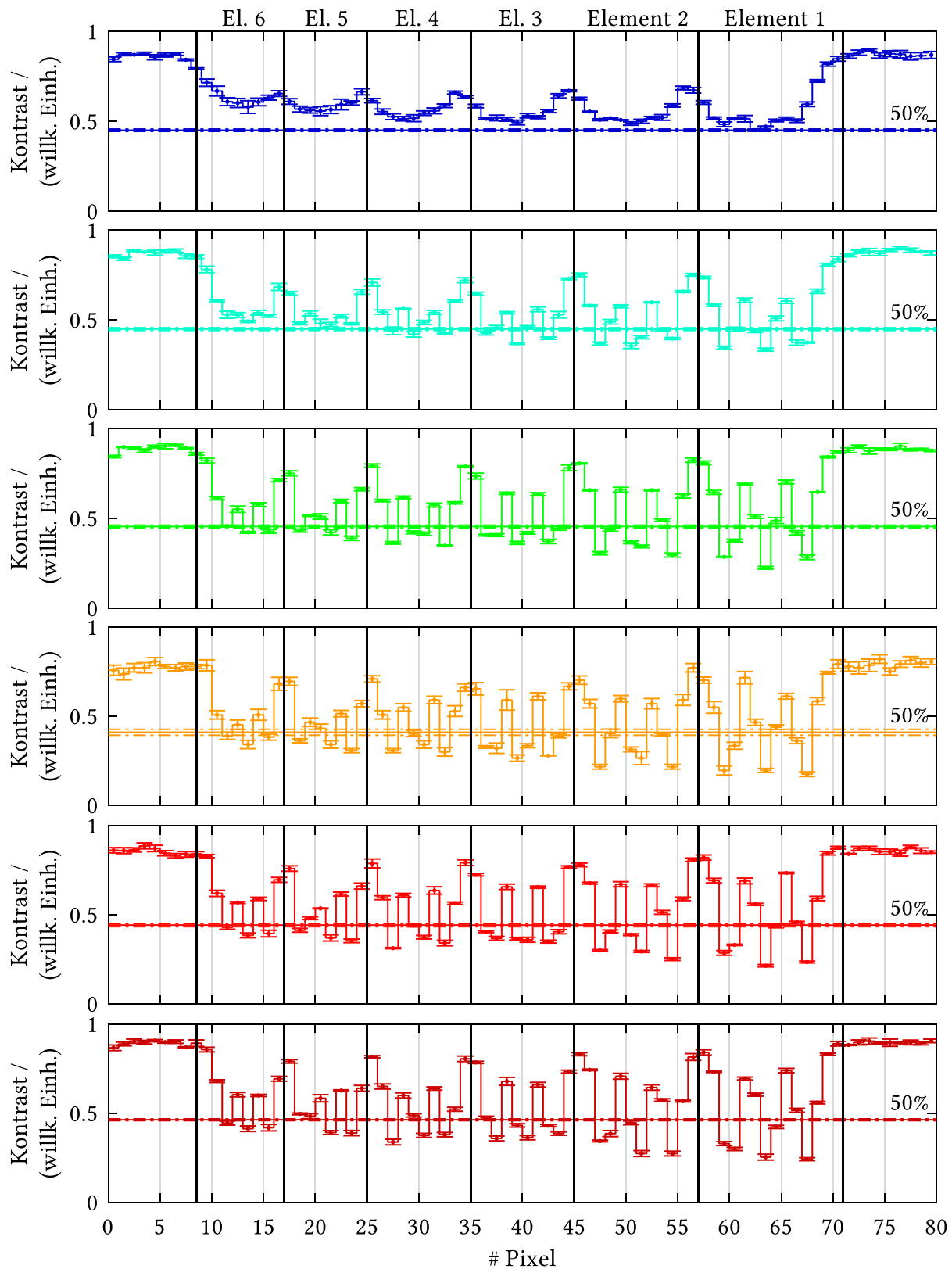


Abbildung A 8: EOS 70D Auflösungstest in Transmission. Zu sehen ist die Gruppe 3 mit den Elementen 1-6.

Tabelle A 2: Auflösungskenndaten des optischen Systems für zwei unterschiedliche Sensorgrößen bei Beleuchtung in Reflexion und Transmission für verschiedene Wellenlängen. Die Daten wurden aus den Abbildung A 6 - Abbildung A 8 erhoben und nach Kapitel 1.1.1 ausgewertet.

Sensor	Beleuchtung	Spektrum	Max. Auflösung / $(\frac{LP}{mm})$
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Königsblau	6,35
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Blau	7,13
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Grün	4,49
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Bernstein	4,00
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Rot	4,00
Vollformat (EOS 6D)	Reflexion	Hyperrot	5,66
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Königsblau	7,13
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Blau	7,13
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Grün	5,66
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Bernstein	5,66
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Rot	5,04
Vollformat (EOS 6D)	Transmission	Hyperrot	7,13
Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Königsblau	6,35
Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Blau	10,01

Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Grün	10,01
Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Bernstein	8,00
Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Rot	11,3
Teilformat (EOS 70D)	Reflexion	Hyperrot	8,98
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Königsblau	7,13
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Blau	11,3
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Grün	14,3
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Bernstein	14,3
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Rot	14,3
Teilformat (EOS 70D)	Transmission	Hyperrot	14,3

A.5 Messung Randwall PEDOT-Probe

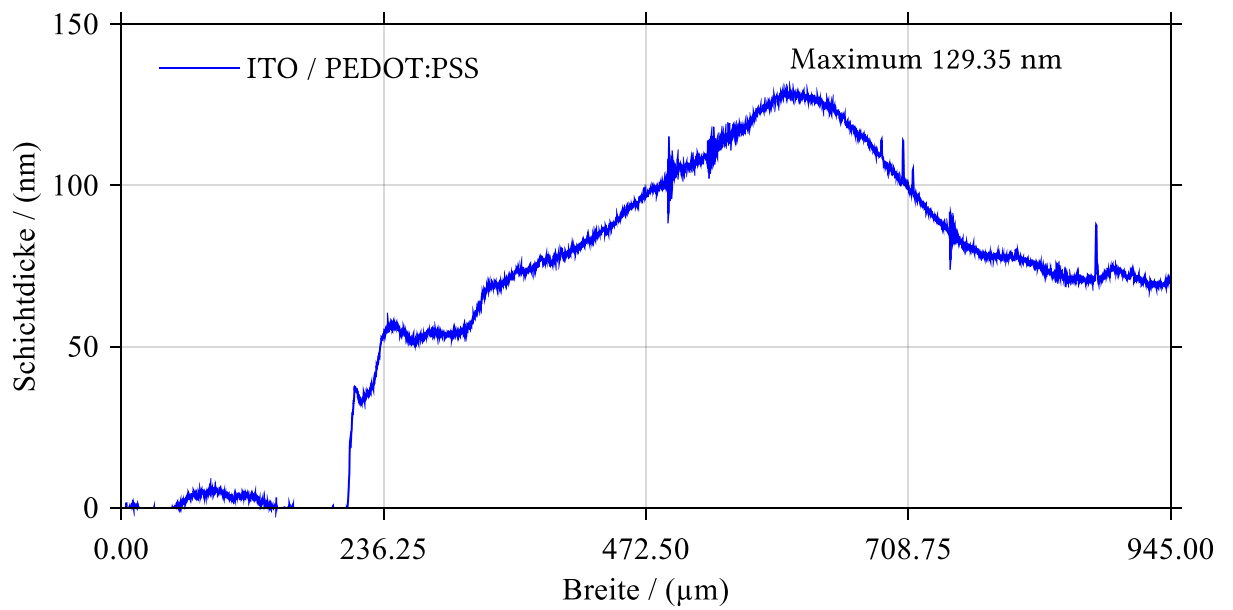


Abbildung A 9: Randwall einer tiefgedruckten PEDOT:PSS Probe mit einem 30 %_w Ethanolanteil. Der Randwall wurde mit einem DEKTAK 150 der Firma Veeco und einer 12,5 μm gemessen.

A.6 Zeichnungen / Datenblätter Messaufbau

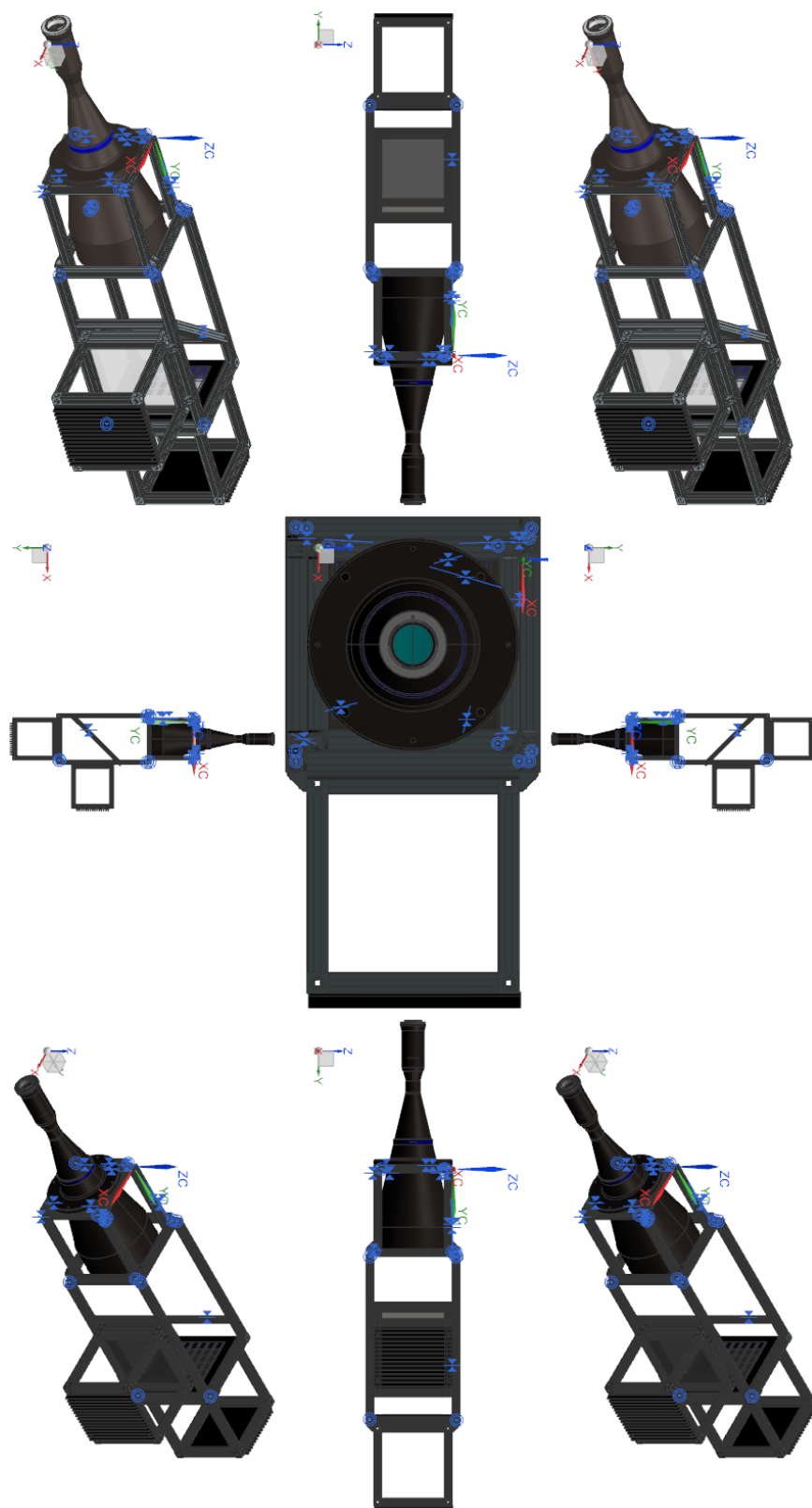


Abbildung A 10: Verschiedene Ansichten des 3D-Modells des Versuchsaufbaus.

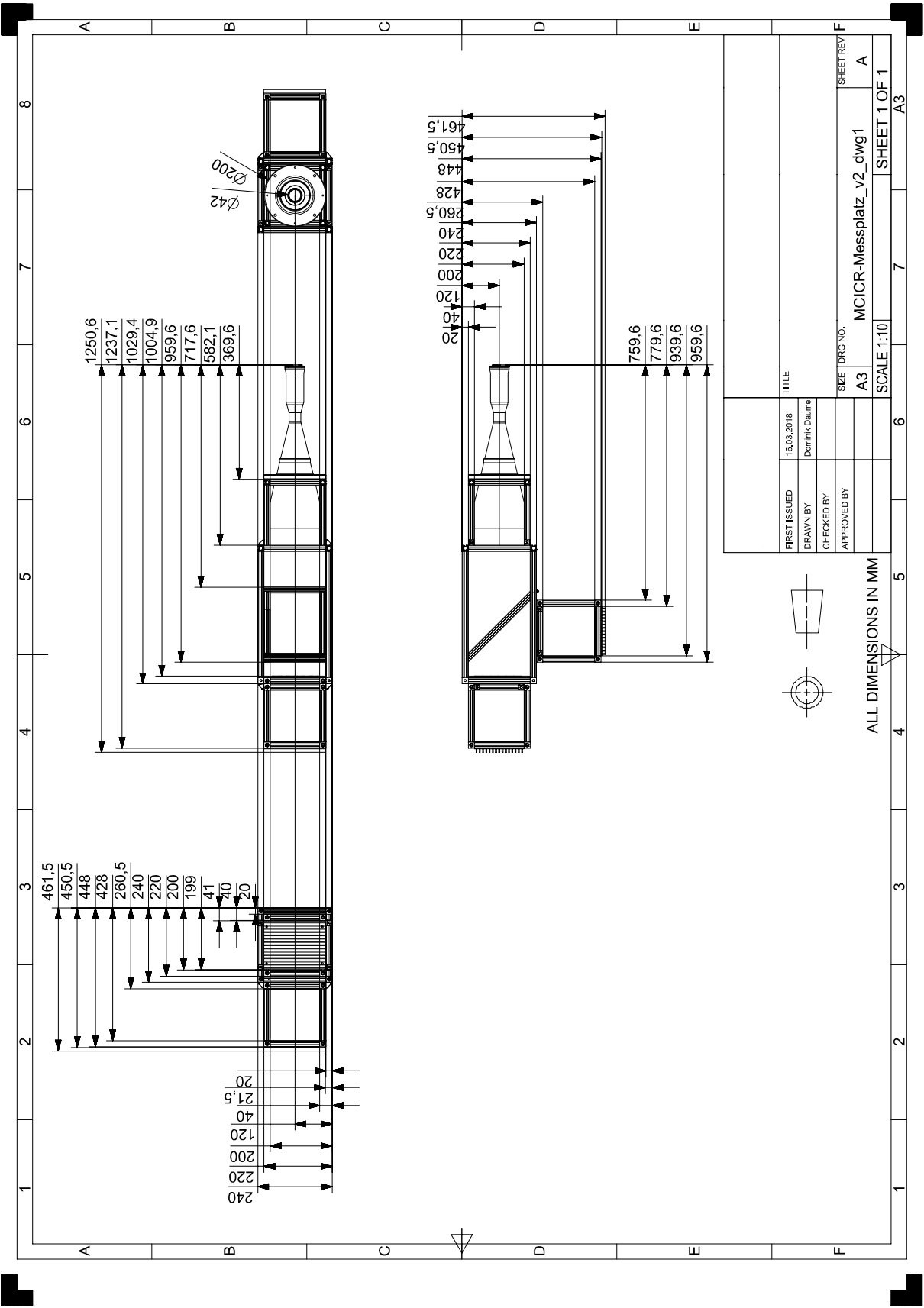


Abbildung A 11: Geometrische Abmessungen des Versuchsaufbaus (siehe Abbildung 24).

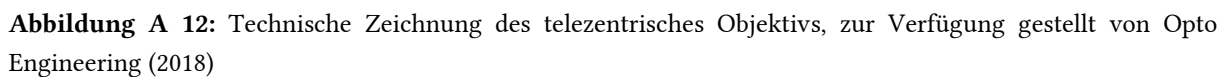


Abbildung A 12: Technische Zeichnung des telezentrisches Objektivs, zur Verfügung gestellt von Opto Engineering (2018)

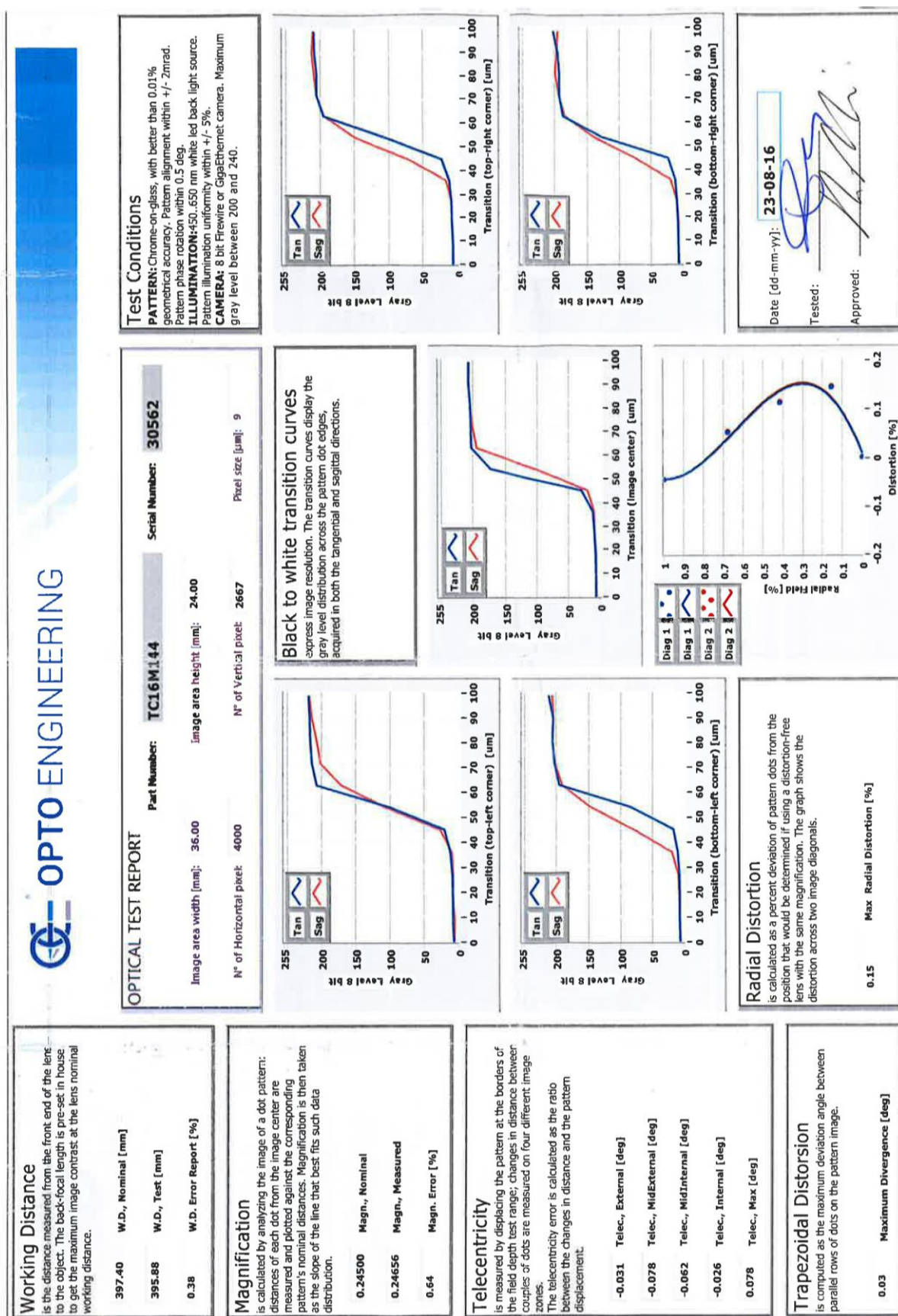


Abbildung A 13: Messprotokoll des telezentrischen Objektivs TCM16M144 mit der Seriennummer 30562.